

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-72260

(43) 公開日 平成10年(1998) 3 月17日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	F I
C04B 35/626		C04B 35/58 104 R
B23Q 3/15		B23Q 3/15 D
C04B 35/74		C04B 35/74
H01L 21/68		H01L 21/68 R
審査請求 未請求 請求項の数17 F D (全19頁)		

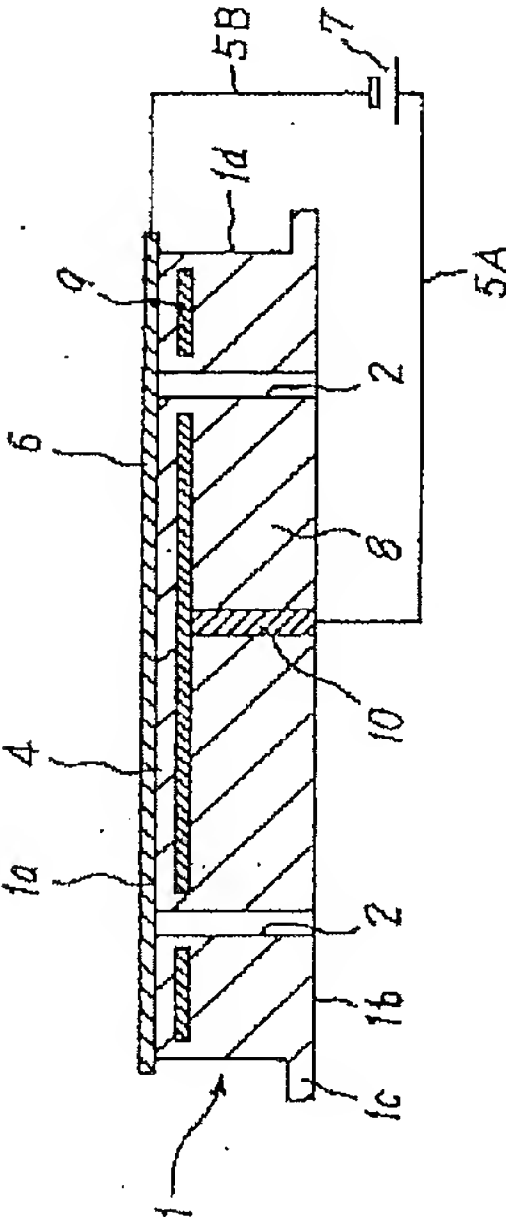
(21) 出願番号	特願平8-293129	(71) 出願人	000004064 日本碍子株式会社 愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番56号
(22) 出願日	平成 8 年(1996) 10月16日	(72) 発明者	山田 直仁 愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番56号 日 本碍子株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願平8-176263	(72) 発明者	森 行正 愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番56号 日 本碍子株式会社内
(32) 優先日	平 8 (1996) 7 月 5 日	(72) 発明者	別所 裕樹 愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番56号 日 本碍子株式会社内
(33) 優先権主張国	日本 (J P)	(74) 代理人	弁理士 杉村 暁秀 (外 9 名)
(31) 優先権主張番号	特願平7-285011		最終頁に続く
(32) 優先日	平 7 (1995) 11月 1 日		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

(54) 【発明の名称】 窒化アルミニウム焼結体、金属包含材、静電チャック、窒化アルミニウム焼結体の製造方法および金属包含材の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 窒化アルミニウムからなる基材の中に金属部材を埋設した金属包含材において、窒化アルミニウム中に低抵抗材料を添加することなく、金属包含材の体積抵抗率を制御すること。この金属包含材を利用して、静電チャックを広い温度範囲で使用できるようにし、かつ腐食性物質の作用に対しても安定にする。

【解決手段】 アルミニウム以外の金属元素の含有量が 1 0 0 p p m 以下であり、室温における体積抵抗率が 1 . 0 × 1 0 ⁹ Ω ・ c m 以上、 1 . 0 × 1 0 ^{1 3} Ω ・ c m 以下である、窒化アルミニウム焼結体を提供する。窒化アルミニウムからなる基材 1 内に金属部材 9 が埋設されている。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】アルミニウム以外の金属元素の含有量が 1 0 0 p p m 以下であり、室温における体積抵抗率が $1.0 \times 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上、 $1.0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下であることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 2】窒化アルミニウムの電子スピン共鳴法によるスペクトルにおいて、不対電子の g 値が 2. 0 0 0 0 以下であることを特徴とする、請求項 1 記載の窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 3】電子スピン共鳴法によるスペクトルから得られたアルミニウムの単位 m g 当たりのスピン数が $5 \times 10^{12} \text{ spin}$ 以上であることを特徴とする、請求項 1 または 2 記載の窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 4】カソードルミネッセンスによるスペクトルにおいて、3 5 0 n m ~ 3 7 0 n m の波長領域に主要ピークを有していることを特徴とする、請求項 1 ~ 3 のいずれか一つの請求項に記載の窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 5】相対密度が 9 9. 5 % 以上であることを特徴とする、請求項 1 ~ 4 のいずれか一つの請求項に記載の窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 6】窒化アルミニウム焼結体からなる基材内に金属部材が埋設されており、前記基材と前記金属部材とが一体焼結されている金属包含材であって、前記基材の少なくとも一部が、請求項 1 ~ 5 のいずれか一つの請求項に記載の窒化アルミニウム焼結体からなることを特徴とする、金属包含材。

【請求項 7】前記基材のうち、前記金属部材を包含する部分の相対密度が 9 9. 5 % 以上であることを特徴とする、請求項 6 記載の金属包含材。

【請求項 8】前記金属部材が、請求項 1 ~ 5 のいずれか一つの請求項に記載の窒化アルミニウム焼結体に包含されていることを特徴とする、請求項 7 記載の金属包含材。

【請求項 9】前記基材のうち、前記金属部材の一方の側にある第一の部分が、請求項 1 ~ 5 のいずれか一つの請求項に記載の窒化アルミニウム焼結体によって形成されていることを特徴とする、請求項 6 記載の金属包含材。

【請求項 1 0】前記基材のうち、前記金属部材の他方の側にある第二の部分に、相対密度が 9 7. 5 % 以上、9 9. 5 % 以下の窒化アルミニウム焼結体が存在していることを特徴とする、請求項 9 記載の金属包含材。

【請求項 1 1】請求項 6 ~ 1 0 のいずれか一つの請求項に記載の金属包含材を備えている静電チャックであって、前記基材のうち誘電層側が、請求項 1 ~ 5 のいずれか一つの請求項に記載の窒化アルミニウム焼結体からなり、前記金属部材が電極であり、前記電極上に前記誘電層を介して被処理物を吸着するように構成されていることを特徴とする、静電チャック。

【請求項 1 2】アルミニウム以外の金属元素の含有量が 1 0 0 p p m 以下であり、窒化アルミニウムの電子スピ

ン共鳴法によるスペクトルにおいて、不対電子の g 値が 2. 0 0 0 0 以下であることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 1 3】アルミニウム以外の金属元素の含有量が 1 0 0 p p m 以下であり、電子スピン共鳴法によるスペクトルから得られたアルミニウムの単位 m g 当たりのスピン数が $5 \times 10^{12} \text{ spin}$ 以上であることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 1 4】アルミニウム以外の金属元素の含有量が 1 0 0 p p m 以下であり、カソードルミネッセンスによるスペクトルにおいて、3 5 0 n m ~ 3 7 0 n m の波長領域に主要ピークを有していることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 1 5】アルミニウム以外の金属元素の含有量が 1 0 0 p p m 以下である窒化アルミニウム原料を $1700^\circ\text{C} \sim 2000^\circ\text{C}$ の温度および 100 kg/cm^2 以上の圧力で焼結させることによって相対密度 9 5. 0 % 以上の窒化アルミニウム焼結体をいったん製造し、次いでこの窒化アルミニウム焼結体を 1850°C 以上の温度で熱処理することを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

【請求項 1 6】アルミニウム以外の金属元素の含有量が 1 0 0 p p m 以下であり、前記室温における体積抵抗率が $1.0 \times 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上、 $1.0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下である窒化アルミニウムを製造する方法であって、アルミニウム以外の金属元素の含有量が 1 0 0 p p m 以下である原料からなる成形体の中に金属部材を埋設し、この成形体を $1850^\circ\text{C} \sim 2200^\circ\text{C}$ の温度および 50 kg/cm^2 以上の圧力で焼結させることによって、窒化アルミニウムからなる基材内に金属部材が埋設されている金属包含材を得、ここで前記金属部材によって前記基材が実質的に第一の部分と第二の部分とに分けられており、前記第一の部分の厚さが 1 0 m m 以下であり、これによって前記第一の部分を構成する基材として窒化アルミニウム焼結体を得ることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体の製造方法。

【請求項 1 7】窒化アルミニウムからなる基材内に金属部材が埋設されている金属包含材であって、前記金属包含材によって前記基材が実質的に第一の部分と第二の部分とに分けられており、前記第一の部分の厚さと前記第二の部分の厚さとの比率が 1 : 2 以上である金属包含材を製造するのに際して、アルミニウム以外の金属元素の含有量が 1 0 0 p p m 以下である原料からなる成形体の中に前記金属部材を埋設し、この成形体を $1850^\circ\text{C} \sim 2200^\circ\text{C}$ の温度および 50 kg/cm^2 以上の圧力で焼結させることを特徴とする、金属包含材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【産業上の利用分野】本発明は、窒化アルミニウム焼結

体およびその製造方法に関するものであり、また、窒化アルミニウム焼結体中に金属部材を埋設した、傾斜材料として使用できる金属包含材に関するものであり、特に、半導体製造装置において好適に使用できる静電チャックに関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】現在、半導体ウエハーの搬送、露光、CVD、スパッタリング等の成膜プロセス、微細加工、洗浄、エッチング、ダイシング等の工程において、半導体ウエハーを吸着し、保持するために、静電チャックが使用されている。こうした静電チャックの基材として、緻密質セラミックスが注目されている。特に半導体製造装置においては、エッチングガスやクリーニングガスとして、C1F₃等のハロゲン系腐食性ガスを多用する。また、半導体ウエハーを保持しつつ、急速に加熱し、冷却させるためには、静電チャックの基材が高い熱伝導性を備えていることが望まれる。また、急激な温度変化によって破壊しないような耐熱衝撃性を備えていることが望まれる。緻密な窒化アルミニウムは、前記のようなハロゲン系腐食性ガスに対して高い耐食性を備えている。また、こうした窒化アルミニウムは、高熱伝導性材料として知られており、その体積抵抗率が $10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であることも知られている。また、耐熱衝撃性も高いことが知られている。従って、半導体製造装置用の静電チャックの基材を窒化アルミニウム焼結体によって形成することが好適であると考えられる。

【 0 0 0 3 】一方、半導体製造装置において、半導体ウエハーを保持するサセプターとして静電チャックを使用するためには、静電チャックの吸着力を高める必要がある。このために基材の固有抵抗を減少させる必要がある。例えば、特公平 7 - 1 9 8 3 1 号公報においては、静電チャックの絶縁性誘電層の抵抗値を減少させて静電チャックの吸着力を向上させるために、体積固有抵抗の高い絶縁性材質に対して導体あるいは半導体を混合することによって、その体積抵抗率を $10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下に制御している。また、特開平 2 - 2 2 1 6 6 号公報においては、アルミナを主成分とするセラミックス原料を還元雰囲気下で焼成して静電チャック用の誘電体セラミックスを製造し、この際、原料中に、アルカリ土類金属および遷移金属を、酸化物の重量に換算して、それぞれ、1 ~ 6 重量%、0.5 ~ 6 重量%含有させた。この方法においては、例えば、アルミナセラミックス中にTiO₂を混合することによって誘電率を向上させるのと共に、その体積抵抗率を $10^{12} \sim 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ にまで低下させ、これによって高い吸着力を得ようとしている。

【 0 0 0 4 】

【発明が解決しようとする課題】しかし、高純度の窒化アルミニウム焼結体の体積抵抗率は $10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であるために、半導体製造装置用の静電チャックの基

材として用いるには、体積抵抗率が高い。これによって十分な吸着力を得るためには、 $300 \mu\text{m}$ 以下の極めて薄い絶縁性誘電層を形成する必要がある。しかし、このように絶縁性誘電層が薄いと、ハロゲン系腐食性ガスやプラズマに接触したときに、長時間の使用中には、絶縁性誘電層の表面の反応物層のいずれかを起点として、絶縁破壊等が発生する可能性があることが判った。この観点からは、絶縁性誘電層の厚さを $500 \mu\text{m}$ 以上とすることが好ましいことが判明してきた。

10 【 0 0 0 5 】しかし、従来の窒化アルミニウム焼結体製の静電チャックにおいては、このように絶縁性誘電層を厚くすると、静電チャックの吸着力が低下し、特に体積抵抗率が高い低温領域においては、十分な吸着力を得ることが困難であった。例えば、ドライエッチングのプロセスを実施するのは、 $-50^{\circ}\text{C} \sim -60^{\circ}\text{C}$ の低温であり、また高密度プラズマCVDプロセスを実施するのは 100°C 前後と比較的に低温であるが、これらの低温プロセスにおいては、所定の吸着力を安定して得ることは困難であった。

20 【 0 0 0 6 】ここで、窒化アルミニウムを基材として使用した静電チャックにおいて、前記した特公平 7 - 1 9 8 3 1 号公報の記載に従って、窒化アルミニウム基材中に低抵抗材料を添加することも検討した。しかし、この静電チャックでは、低抵抗材料である金属等が基材の表面から離脱し、半導体汚染の原因となる可能性も否定できない。このために、例えば8インチウエハーのような、高純度半導体プロセスにおいては、好ましくない。

30 【 0 0 0 7 】本発明の課題は、静電チャックを -60°C 程度の低温領域から、 300°C 以上の高温領域に至る広い温度範囲で使用できるようにし、かつハロゲン系腐食性ガスやプラズマといった腐食性物質の作用に対しても安定にできるようにし、また静電チャックの基材からの金属等の離脱の可能性を最小限に抑制できるようにすることである。

【 0 0 0 8 】また、本発明の課題は、このような静電チャック等の半導体製造用途のように、高純度の基材の使用が要求されるプロセスにおいて、電氣的装置として良好に使用できるような金属包含材を提供することである。

40 【 0 0 0 9 】また、本発明の課題は、金属不純物の含有量が少なく、かつ体積抵抗率が低い窒化アルミニウム焼結体を提供することである。

【 0 0 1 0 】

【課題を解決するための手段】本発明は、アルミニウム以外の金属元素の含有量が 100 ppm 以下であり、室温における体積抵抗率が $1.0 \times 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上、 $1.0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下であることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体に係るものである。

50 【 0 0 1 1 】また、本発明は、アルミニウム以外の金属元素の含有量が 100 ppm 以下であり、窒化アルミニ

ウムの電子スピン共鳴法によるスペクトルにおいて、不対電子の g 値が 2.0000 以下であることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体に係るものである。

【0012】また、本発明は、アルミニウム以外の金属元素の含有量が 100 ppm 以下であり、電子スピン共鳴法によるスペクトルから得られたアルミニウムの単位 mg 当たりのスピン数が $5 \times 10^{12} \text{ spin}$ 以上であることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体に係るものである。

【0013】また、本発明は、アルミニウム以外の金属元素の含有量が 100 ppm 以下であり、カソードルミネッセンスによるスペクトルにおいて、 $350\text{ nm} \sim 370\text{ nm}$ の波長領域に主要ピークを有していることを特徴とする、窒化アルミニウム焼結体に係るものである。

【0014】また、本発明は、窒化アルミニウム焼結体からなる基材内に金属部材が埋設されており、基材と前記金属部材とが一体焼結されている金属包含材であって、基材の少なくとも一部が、前記の窒化アルミニウム焼結体からなることを特徴とする、金属包含材に係るものである。

【0015】本発明者は、高純度の窒化アルミニウム粉末によって成形体を製造し、この際、成形体中に金属部材を埋設し、この成形体をホットプレス焼結法によって一体で焼結させる実験を行っていた。この研究の過程で、金属部材の少なくとも片側において、基材を構成する窒化アルミニウムの体積抵抗率が顕著に低下した焼結体が得られることを発見し、本発明に到達するに至った。このような現象は、高純度の窒化アルミニウム焼結体においては知られていないものである。

【0016】即ち、本発明の金属包含材は、窒化アルミニウムからなる成形体と金属部材とを一体に焼結しており、基材中に埋設された金属部材によって基材が実質的に二分されたときに、金属部材の少なくとも片側で、体積抵抗率が著しく低下した窒化アルミニウム焼結体が見いだされることを特徴とする。この際、成形体は一体に焼結されているのであり、第一の部分にのみ金属等の低抵抗材料を含有させることによって、第一の部分の体積抵抗率を小さく制御することはできない。このように、本発明の金属包含材は、基材を構成する窒化アルミニウムの基本的組成が、その全体にわたって一定に保持されていることを特徴としている。このため、半導体製造装置のように、低抵抗材料の窒化アルミニウム基材からの離脱を嫌う用途において、特に好適である。

【0017】本発明の金属包含材は、窒化アルミニウムからなる基材の内部に金属部材を埋設した各種の用途に適用することができ、特に不純物を嫌悪する環境下で使用される電極埋設品として特に好適に使用することができる。こうした用途としては、例えば、セラミック静電チャック、セラミックスヒーター、高周波電極装置を例示することができるが、特に静電チャックに対して、き

わめて好適に使用することができる。

【0018】本発明の金属包含材を静電チャックとして使用すると、第一の部分の室温での体積抵抗率を $1.0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下としているので、静電チャックとしての吸着特性を向上させることができる。この場合には、第一の部分（絶縁性誘電層として使用する）の厚さを $500\text{ }\mu\text{m}$ 以上としても、電圧を印加したときに、電極から電荷が移動して絶縁性誘電層の表面に現れ、十分な吸着力を得ることが出来る。これによって、 -60°C 程度の低温領域から、 300°C 以上の高温領域までの極めて広い温度範囲において、8インチ以上の大型の半導体ウエハーを、十分に安定して吸着し、保持することができるようになった。

【0019】金属包含材の基材は、成形体の中に埋設されている金属部材と共に一体焼結されるので、基材を構成する窒化アルミニウムの組成は、第一の部分と第二の部分との間で本質的な相違はない。ここで、前記した高純度の窒化アルミニウム粉末を使用した場合も、ホットプレス法によって一体焼結することによって、相対密度 95.0% 以上の窒化アルミニウムを得ることができる。

【0020】本発明の金属包含材を製造するためには、アルミニウム以外の金属元素の含有量が 100 ppm 以下である窒化アルミニウム原料からなる成形体の中に金属部材を埋設し、この成形体を $1850^\circ\text{C} \sim 2200^\circ\text{C}$ で焼結させることによって、窒化アルミニウムからなる基材内に金属部材が埋設されている金属包含材を得る。ここで、金属部材によって基材が実質的に第一の部分と第二の部分とに分けられているが、この第二の部分の基材を切り出して、室温における体積抵抗率を測定したところ、 $3.0 \times 10^{13} \sim 1.0 \times 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ であった。

【0021】しかし、これと同時に、第一の部分から切り出した窒化アルミニウム焼結体の体積抵抗率が、 $1.0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下まで低下していることを確認した。つまり、第一の部分から切り出した基材の体積抵抗率は、第二の部分から切り出した基材の体積抵抗率と比較すると、 $\Omega \cdot \text{cm}$ の単位で見たときに、 $10 \sim 100$ 倍のオーダーで低下していることが判明した。また、実際的には、第一の部分から切り出した基材の体積抵抗率を、 $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ よりも小さくすることは、困難であった。

【0022】この金属包含材を傾斜材として使用するためには、特に第一の部分から切り出した窒化アルミニウム焼結体の体積抵抗率と、第二の部分から切り出した焼結体の体積抵抗率との比率を、 $1:10$ 以上とすることが好ましい。

【0023】窒化アルミニウム粉末からなる原料中では、アルミニウム以外の金属元素の量を避けるべきであり、好ましくは 100 ppm 以下とする。ここで「アル

ミニウム以外の金属元素」とは、周期律表の I a ~ V I I a、V I I I、I b、I I I bに属する金属元素および I I I b、I V bに属する元素の一部 (S i、G a、G e等) をいう。

【0024】まず、窒化アルミニウムの成形体に金属部材を埋設する。この過程では、次の方法を例示できる。

方法 (1) 予備成形体を製造し、この予備成形体の上に金属部材を設置する。次いで、この予備成形体及び金属部材の上にセラミックス粉末を充填し、一軸プレス成形する。

方法 (2) コールドアイソスタティックプレス法によって、平板状の成形体を 2 つ製造し、2 つの平板状成形体の間に金属部材を挟む。この状態で 2 つの成形体及び金属部材をホットプレスする。

【0025】金属部材は、面状の金属バルク材であることが好ましい。この際、金属包含材が静電チャックである場合には、金属部材は、金属バルク材からなる面状の電極である。ここで、「面状の金属バルク材」とは、例えば、線体あるいは板体をらせん状、蛇行状に配置することなく、例えば、図 2 および図 3 に示すように、金属

を一体の面状として形成したものをいう。
【0026】金属部材は、窒化アルミニウム粉末と同時に焼成するので、高融点金属で形成することが好ましい。こうした高融点金属としては、タンタル、タングステン、モリブデン、白金、レニウム、ハフニウム及びこれらの合金を例示できる。半導体汚染防止の観点から、更に、タンタル、タングステン、モリブデン、白金及びこれらの合金が好ましい。静電チャックによる被処理物としては、半導体ウエハーの他、アルミニウムウエハー等を例示できる。

【0027】本発明の金属包含材を製造するためには、好ましくは、金属部材の形態が金属バルク材であり、成形体において、金属バルク材の表面から見た第一の部分の厚さが、第二の部分の厚さよりも小さい。この場合、第一の部分および第二の部分の厚さとは、金属バルク材の表面から垂直方向に見たときの第一の部分および第二の部分の厚さを言う。好ましくは、第一の部分の厚さと第二の部分の厚さとの比率を 1 : 2 ~ 1 : 50 とする。

【0028】また、好ましくは、第一の部分の厚さを 10 mm 以下とすることによって、第一の部分における体積抵抗率の低下が、より一層顕著に見られるようになった。ここで、前記したような傾斜材料としての金属包含材を製造するためには、第二の部分の厚さは 10 mm よりも大きくすることが好ましく、20 mm 以上とすることが特に好ましい。この上限値は特になく、製造すべき物品の寸法から決定される。また、本発明の金属包含材 (傾斜材料としての) を製造するためには、焼結後の第一の部分の厚さを 1 mm 以上、10.0 mm 以下とすることが好ましく、1.0 mm 以上、5.0 mm 以下とすることが更に好ましい。

【0029】第一の部分の厚さおよび第二の部分の厚さは、実際の製造上の安定性という観点からは、3.0 mm 以上とすることが好ましい。

【0030】また、上記の金属包含材において、第一の部分の厚さと第二の部分の厚さとを共に 5 mm 以下として一体焼結させてみると、第一の部分を構成する窒化アルミニウム焼結体も、第二の部分を構成する窒化アルミニウム焼結体も、共にその体積抵抗率が $10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下に低下することも確認した。

10 【0031】この体積抵抗率をより一層低下させるためには、第一の部分の厚さを 4.0 mm 以下とすることが一層好ましい。

【0032】本発明の金属包含材を製造するのに際して、更に好ましくは、金属部材の形態が面状のバルク材であり、この面状のバルク材の表面に対して垂直方向に加圧しつつ、一体焼結する。この際、傾斜材料としての金属包含材を製造する場合には、第一の部分の体積抵抗率と第二の部分の体積抵抗率との差を、傾斜材料として十分なほどに大きくするために、第一の部分の厚さと第二の部分の厚さとの比率を 1 : 3 以上とすることが好ましく、1 : 5 以上とすることが更に好ましい。この際、第二の部分の厚さの比率の上限は原理的には存在しないが、実際の製造上の観点からは、前記したように、第一の部分の厚さと第二の部分の厚さとの比率を 1 : 50 以下とすることが好ましい。

【0033】こうした面状のバルク材としては、次を例示できる。

(1) 薄板からなる、面状のバルク材。

(2) 面状の電極の中に多数の小空間が形成されているバルク材。これには、多数の小孔を有する板状体からなるバルク材や、網状のバルク材を含む。多数の小孔を有する板状体としては、パンチングメタルを例示できる。ただし、バルク材が高融点金属からなり、かつパンチングメタルである場合には、高融点金属の硬度が高いため、高融点金属からなる板に多数の小孔をパンチによって開けることは困難であり、加工コストも非常に高くなる。この点、バルク材が金網である場合には、高融点金属からなる線材が容易に入手でき、この線材を編組すれば金網を製造できる。

40 【0034】こうした金網のメッシュ形状、線径等は特に限定しない。しかし、線径 $\phi 0.03 \text{ mm}$ 、150 メッシュ ~ 線径 $\phi 0.5 \text{ mm}$ 、6 メッシュにおいて、特に問題なく使用できた。また、金網を構成する線材の幅方向断面形状は、円形その他、楕円形、長方形等、種々の圧延形状であってよい。ここで、1 メッシュは 1 インチあたり 1 本という意味である。

50 【0035】金属部材を包含している成形体を加圧焼結させる際には、この焼成温度を本発明に従って 1850 ~ 2200 °C とするが、圧力は、50 kgf / cm^2 以上とすることが好ましく、100 kgf / cm^2 以上と

することが更に好ましい。第一の部分の体積抵抗率は、焼成温度、圧力、焼成温度（最高温度）での保持時間（キープ時間）に依存するが、上記の圧力の範囲内で、焼成温度および保持時間を上記範囲で適宜設定することにより、 $1.0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm} \sim 1.0 \times 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ の間で、第一の部分から切り出した焼結体の体積抵抗率を、変化させることができた。

【0036】こうした金属包含材を確実に製造するためには、好ましくは一体焼結の温度を 1900°C 以上とする。この上限は 2200°C であり、これを越えると金属部材の劣化が発生し易い。

【0037】また、成形体を一体焼結する時間に関しては、 1850°C 以上、 1900°C 未満の一体焼結温度では、少なくとも5時間の焼結を行う必要があった。 $1900^\circ\text{C} \sim 2000^\circ\text{C}$ 未満の一体焼結温度でも、最高温度（焼成温度）で2時間以上の保持を行う必要があった。更に、この保持時間を3時間以上、更には5時間以上とすることによって、一層体積抵抗率の低下が観測された。 2000°C 以上の一体焼結温度では、最高温度で1時間以上の保持を行うことによって、体積抵抗率の低下が観測された。これらの保持時間は、焼結炉における現実的な生産性の観点からは、30時間以下とすることが好ましい。

【0038】本発明を静電チャックに適用した場合には、静電チャック電極に対して高周波電源を接続し、この電極に対して直流電圧と同時に高周波電圧を供給することによって、この電極をプラズマ発生用電極としても使用することができる。この場合には、例えば電極がタングステンであり、周波数が 13.56MHz の場合、電極の厚さは $430\mu\text{m}$ 以上が望ましいが、この厚さの電極を、スクリーン印刷法で形成することは困難であるので、電極を金属バルク体によって構成する。また、絶縁性誘電層の厚さが $0.5\text{mm} \sim 5.0\text{mm}$ の範囲内では、誘電体損失による自己発熱はさほど大きくなく、高周波電極として問題なく使用できる。

【0039】なお、本発明においては、アルミニウム以外の金属元素の含有量が 100ppm 以下であり、室温における体積抵抗率が $1.0 \times 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上、 $1.0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下である窒化アルミニウム焼結体を基材として使用した静電チャック、プラズマ発生用電極装置等の静電チャック電極、高周波電極等は、スクリーン印刷法によって形成された電極であって良い。

【0040】以下、適宜に図面を参照しつつ、本発明を更に詳細に説明する。図1は、静電チャックを概略的に示す断面図である。図2(a)は、図1の静電チャックのうち一部を切り欠いて示す斜視図であり、図2(b)は、金網からなる電極3を示す斜視図である。

【0041】略円盤形状の基材1の側周面1dにリング状のフランジ1cが設けられており、基材1の内部に、

金網3からなる電極9が埋設されている。半導体ウエハー6の設置面1a側には、所定厚さの絶縁性誘電層（第一の部分）4が形成されている。基材のうち支持部分（第二の部分）8側には、端子10が埋設されており、端子10が電極9に接続されている。端子10の端面が、基材1の裏面1bに露出している。基材1の所定箇所、半導体ウエハー6を昇降させるためのピンを通す孔2が形成されている。

【0042】端子10に電線5Aを介して直流電源7が接続されている。また、半導体ウエハー6には直流電源の負極が、電線5Bを介して接続されている。本実施例における電極9は、図2(a)、(b)に示すような金網3によって形成されている。金網3は、円形の枠線3aと、枠線3aの内部に縦横に形成されている線3bとからなっており、これらの間に網目13が形成されている。

【0043】図3(a)は、電極9として使用できるパンチングメタル14を示す斜視図である。パンチングメタル14は円形をしており、円形の平板14a内に多数の円形孔14bが、基盤目形状に多数形成されている。図3(b)は、電極9として使用できる円形の薄板15を示す斜視図である。図3(c)は、電極9として使用できる薄板16を示す平面図である。薄板16内には、細長い直線状の切り込み16b、16cが、互いに平行に合計6列形成されている。このうち、3列の切り込み16bは、図3(c)において下側に開口しており、残り3列の切り込み16cは、上側に開口している。切り込み16bと16cとは、交互に配置されている。こうした形状を採用した結果、薄板によって細長い導電路が形成されている。この導電路の両端16aに端子を接続する。

【0044】図4は、他の実施例に係る静電チャックを概略的に示す断面図である。図4において、図1に示した部材と同じ部材には同じ符号を付け、その説明は省略する。支持部分8には抵抗発熱体21が埋設されており、抵抗発熱体21の両側部分には端子22が接続されている。各端子22に対して、電力供給用のケーブル23が接続されており、このケーブル23は、図示しない電源に接続されている。

【0045】本発明者は、絶縁性誘電層（第一の部分）から、体積抵抗率が著しく低下した焼結体が得られた理由について、更に詳細に検討した。本発明者は、モリブデンからなる面状の金属部材を成形体中に埋設し、この面状の金属部材の表面に対して垂直方向に前記のような圧力を加え、前記のような温度、圧力、保持時間の各条件下で一体焼成することによって、金属部材の少なくとも片側で、特に顕著な体積抵抗率の低下が生ずることを見いだした。この原因は明確ではない。

【0046】本発明者は、モリブデンからなる金属部材の両側で、基材である窒化アルミニウム焼結体の元素分

析を行ったが、モリブデン元素自体は、第一の部分においても、第二の部分においても、それぞれ元素分析の検出限界以下であった。つまり、モリブデンの窒化アルミニウムへの混入によって、その導電性が上昇したわけではないことを確認した。

【0047】ただし、モリブデン元素が、窒化アルミニウムの結晶の粒界に極微量存在し、エネルギーバンドを変化させた可能性までは否定できない。また、モリブデンからなる金属部材が焼成前の成形体への埋設の段階で微量含有していた炭素または酸素が、焼成時に第一の部分の表面へと向かって拡散し、あるいは逆にモリブデンからなる金属部材へと向かって拡散し、これらが何らかの影響を与えた可能性もある。

【0048】特に、金属部材の両側で体積抵抗率の著しく低い窒化アルミニウム焼結体が生成し、この体積抵抗率の低い窒化アルミニウム焼結体の内部に金属部材が包含されることがあった。例えば後述する図5(a)、図6(a)、図6(b)、図6(c)、図7に示す場合が、これに該当する。金属部材を窒化アルミニウム基材中に包含している構造においては、金属部材が窒化アルミニウムに対する一種の欠陥を構成しているので、前記したような金属包含材が急速に高温まで加熱されたり、あるいは低温と高温との間の熱サイクルにさらされたりした場合には、金属部材の周囲で基材が破壊し易くなる。しかし、体積抵抗率が低く、かつ緻密質である本発明の窒化アルミニウム焼結体の内部に、金属部材が包含されている構造においては、熱衝撃に起因する金属部材の破壊が特に生じにくい。

【0049】本発明者は、種々の条件および装置で各金属包含材を製造し、各金属包含材について、基材の各部分から焼結体を切り出し、各部分の窒化アルミニウム焼結体について詳細に検討した。各基材の形態について、図5(a)、(b)、図6(a)～(c)、図7を参照しつつ、説明する。

【0050】図5(a)に示す金属包含材25Aにおいては、基材の中に金属部材26が埋設されており、その外周部分27Aは飴色または黄白色の焼結体によって構成されており、この焼結体の中に黒褐色または黒色の焼結体28Aが生成している。金属部材26は、黒褐色または黒色の焼結体28Aの中に包含されている。図5

(b)に示す金属包含材25Bにおいては、基材の中に金属部材26が埋設されており、その外周部分27Bは飴色または黄白色の焼結体によって構成されており、この焼結体の中に黒褐色または黒色の焼結体28Bが生成している。金属部材26のうち、絶縁性誘電層側の表面は、飴色または黄白色の焼結体27Bに対して接触しており、支持部分側の表面は、黒褐色または黒色の焼結体28Bに対して接触している。

【0051】こうした飴色または黄白色の焼結体は、室温における体積抵抗率が $1.0 \times 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上、

$1.0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下であり、窒化アルミニウムの電子スピン共鳴法によるスペクトルにおいて、不対電子のg値が2.0000以下であり、また、電子スピン共鳴法によるスペクトルから得られたアルミニウムの単位mg当たりのスピン数が $5 \times 10^{12} \text{ spin}$ 以上である。また、この焼結体の相対密度は99.5%以上であることが好ましい。この焼結体の結晶組織を分析すると、窒化アルミニウム主結晶相の他には、いわゆる27R相($\text{Al}_2\text{O}_3 - 7$ (窒化アルミニウム)相)はほとんどなく、球状のALON相が主であった。

【0052】本焼結体のスピン数は、 $6.0 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ 以上であることが好ましく、 $6.9 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ 以上が更に好ましい。室温における体積抵抗率は、 $8.0 \times 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下であることが一層好ましい。不対電子のg値は、1.9990以下とすることが一層好ましい。

【0053】これに対して、黒褐色または黒色の焼結体は、室温における体積抵抗率が $1.0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であり、不対電子のg値が2.0040以上(2.0065以下)であり、前記スピン数が $4.5 \times 10^{12} \text{ spin}$ 以下(更に好ましくは $4.2 \times 10^{12} \text{ spin}$ 以下)である。また、この焼結体の相対密度は99.0%以上であることが好ましく、99.5%以上であることが一層好ましい。

【0054】この主結晶相は窒化アルミニウムであるが、副結晶相としてALONが生成していた。こうした窒化アルミニウムにおいては、典型的には、粒径3～4 μm の窒化アルミニウム結晶粒子中に、粒径0.1 μm オーダーのALON粒子が生成していた。

【0055】飴色または黄白色の焼結体についても、黒褐色または黒色の焼結体についても、窒化アルミニウムの格子定数には、相違は見られなかった。つまり、窒化アルミニウム結晶相以外の結晶相の種類と体積抵抗率との間には、特に相関は見られなかった。また、窒化アルミニウム結晶粒子の平均的な大きさは黒褐色または黒色の部分においては3 μm 以下であり、飴色または黄白色の部分においては3～4 μm であって、実質的に大きな相違は見られなかった。

【0056】一般的には、セラミックスの絶縁抵抗は、その結晶粒径が大きくなると、低下すると考えられる。これは、結晶粒界の抵抗が、結晶粒子の抵抗よりも大きい場合、結晶粒子が大きくなると、粒界の数が減少し、抵抗の総計が減少すると考えられるからである。しかしながら、本発明の高純度窒化アルミニウムの場合は、前記のように、粒径がほぼ同等であっても、体積抵抗率が異なるという、特異な性質を有していた。従って、窒化アルミニウムの体積抵抗率の変化は、結晶相の種類や粒径によるものだけではなく、窒化アルミニウム結晶相内部の欠陥構造および粒界の欠陥構造も影響しているものと考えられる。

【0057】図6(a)の金属包含材25Cにおいては、基材の外周部分は飴色または黄白色の焼結体27Cによって形成されており、焼結体27Cの内部に白色または白灰色の焼結体29Aが形成されている。金属部材26は焼結体27Cの内部に包含されている。図6

(b)、(c)の金属包含材25D、25Eにおいては、基材の外周部分は飴色または黄白色の焼結体27D、27Eによって形成されており、焼結体27D、27Eの内部に白色または白灰色の焼結体29B、29Cが形成されている。金属部材26は、焼結体27D、27Eの内部に包含されている。白色または白灰色の焼結体が占める部分の体積は、図6(b)の基材が最も多く、次いで、図6(a)、図6(c)の順番になっている。

【0058】図7の金属包含材25Fにおいては、基材の外周部分は飴色または黄白色の焼結体27Fによって形成されており、焼結体27Fの内部に白色または白灰色の焼結体29Dが形成されている。金属部材26のうち、絶縁性誘電層側の表面は、飴色または黄白色の焼結体27Fに対して接触している。金属部材26のうち、支持部分側の表面は、黒褐色または黒色の焼結体28Cに対して接触しており、焼結体28Cが、白色または白灰色の焼結板29Dに対して連続している。

【0059】ここで生じている飴色または黄白色の焼結体27Fは、相対密度が99.5%以上であり、平均粒径が5 μ m以上であり、体積抵抗率は $10^5 \sim 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、スピン数は $5 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、g値は2.000以下であった。また、この結晶相は27R相であった。これは、前記した飴色又は黄白色の窒化アルミニウム焼結体と類似した特性を有するものであるが、ただし結晶相が27R相であり、かつ平均結晶粒径が若干大きく、前記のものよりも若干体積抵抗率が低下する傾向が見られた。

【0060】つまり、この焼結体の微構造および電子的性質は前記したものとほぼ同じであるが、若干焼結が進行して結晶粒子が成長しており、これに伴って若干体積抵抗率が低下し、かつ結晶相に変化が生じたものと推定される。

【0061】白色の焼結体は、室温における体積抵抗率が $8.6 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であり、不対電子のg値が1.9981以下であり、前記スピン数が $9.5 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ 以上である。また、この焼結体の相対密度は99.5%以下であり、通常は97.5%~99.0%である。

【0062】従って、白色または白灰色の焼結体のESR特性は、体積抵抗率が著しく低下した飴色または黄白色の焼結体と同程度であるが、気孔が生成したことによって体積抵抗率が上昇しているものと考えられる。特に、高温で焼成した場合には、基材の内部のうち、特に相対的に体積の大きい第二の部分(支持部分)の方で、

内部のCOガス等の蒸気圧が発生し、焼結体に気孔が生成する。焼結体の微構造が同じであっても、気孔率が低いと黒色、黒灰色に見え、気孔率が上昇するにつれて、白色ないし白灰色に見えるようになる。この焼結体は、27R相を含むこともあるが、27R相を含むかどうかは、焼成温度に依存しており、より高温で焼成した場合、27R相が生成し易い。

【0063】前記した電子スピン共鳴法(Electron spin resonance : ESR法)によるスペクトルによる不対電子のg値およびスピン数は、窒化アルミニウム結晶相内部や粒界の欠陥構造の構成を表しているものである。

【0064】この原理を簡単に説明する。不対電子は磁場下ではゼーマン効果によってエネルギー準位が分裂する。このエネルギー準位には、電子の軌道運動、近傍の原子の核磁気能率との相互作用が敏感に反応する。ESR法では、この分裂したエネルギー準位を測定することによって、不対電子を有する原子の近傍の原子および化学結合等に関する情報を知ることができる。

【0065】窒化アルミニウムにおいては、アルミニウムの不対電子のスピン数が、不対電子の存在している結晶場によって変化する。このスピン数は、理論的には自由電子では2.0000であり、相対論的補正で $g = 2.002316$ の値をとる。窒化アルミニウム結晶相中のAl原子、N原子は、4配位のウルツァイト構造を有しており、アルミニウム原子と3つの窒素原子とによって sp^3 混成軌道を形成している。各試料のスピン数の値から、格子欠陥中の不対電子が、どのような結晶配位に存在しているのか、どのような元素が不対電子の周辺に存在しているのかを、知ることができる。

【0066】不対電子を有するAl原子に対して結合する原子の種類が変化すると、不対電子のスピン数ないしg値は、大きく変化する。上記のような大幅なg値の変化は、こうしたアルミニウムと結合する原子の種類の変化に帰するべきものである。即ち、この結合原子の種類が、窒素原子から、炭素原子またはアルミニウム原子に変わると、g値およびスピン数が大きく変化する。4配位構造のSi原子において、これと類似したスピン数の変化が生じていることが報告されている(「素材のESR評価法」アイピーシー出版第57頁参照)。

【0067】今回の測定で得られたg値およびスピン数の顕著な変化も、アルミニウム原子に4配位している原子の種類の変化に起因しているものと考えられ、即ち、アルミニウム原子に対してアルミニウム原子が結合している。

【0068】即ち、図8に示すように、アルミニウムに対して窒素原子が3個配位している状態に対しては、アルミニウムに配位している窒素原子がアルミニウムによって置換されると、g値は大きくなり、半値幅は小さくなる(ピークの幅が小さくなって、ピークがシャープになってくる)。

【0069】アルミニウムに配位している窒素原子の数
が変化すると、 g 値が変化することは理解できる。こ
こで、窒化アルミニウム結晶相中には炭素原子や酸素原子
も存在しているので、窒素原子の位置に炭素原子または
酸素原子が置換することも想定できる。炭素原子や酸素
原子が窒素原子の位置に置換すると、 g 値は減少するの
で、これらの原子による置換割合はきわめて小さいはず
である。

【0070】銕色または黄白色の焼結体においては、前
記したようにピークの g 値が 2. 0000 以下であり、
かつピークがブロードであって、半値幅が大きい。この
ような試料においては、窒化アルミニウム結晶中に酸素
が固溶し、即ち窒化アルミニウム結晶中の N^3- 部位
(サイト) に O^{2-} が置換し、 Al^{3+} が欠損したもの
と考えられる。

【0071】各試料の ESR スペクトルにおける吸収ピ
ーク自体を比較すると、銕色または黄白色の焼結体が、
最も大きな吸収強度を有しており、半値幅も広い。これ
は、最も数多くの伝導電子が、上記の格子欠陥中にトラ
ップないし捕捉されており、こうしたトラップされた伝
導電子が電気抵抗の減少に寄与しているものと考えられ
る。

【0072】本発明者は、更にこうした点を明らかにす
るために、銕色または黄白色の焼結体について、カソー
ドルミネセンススペクトルを測定した。

【0073】カソードルミネセンスは、一般には、試
料に対して電子線を照射したときの試料からの反射波の
一種である。図 9 に模式図として示すように、励起電子
が価電子帯から伝導帯へと励起され、価電子帯に正孔が
生ずる。価電子帯と正孔との間のバンドギャップに対応
する発光が生ずる。これと共に、結晶内に含まれる欠陥
や不純物の作用によって、伝導帯とは別に局在電子準位
が生ずると、局在電子準位の励起電子と価電子帯の正孔
との再結合に伴い、発光が生ずる。従って、カソードル
ミネセンスのスペクトルからは、エネルギーバンド構
造、結晶性、結晶中に含まれる欠陥や不純物について、
情報を得ることができる。

【0074】銕色または黄白色の焼結体について、カソー
ドルミネセンススペクトルを測定した結果、例えば
図 11 に例示するように、350~370 nm の波長領
域に強いピークを有していることを発見した。また、6
50~750 nm の波長領域に、このピークの 2 倍波と
思われる弱いピークを検出した。

【0075】また、本発明者は、比較対象として、窒化
アルミニウム粉末に 5 重量%のイットリア粉末を添加し
て焼成することによって得られた高密度の焼結体を準備
し、この焼結体についてカソードルミネセンスを測定
した。この結果、例えば図 13 に示すように、約 340
nm、500 nm、600 nm にそれぞれ弱いピークが
観測された。

【0076】このような発光波長の相違は、発光種 (バ
ンドギャップ内の電子準位) の相違を示している。ま
た、発光強度の相違は、不純物による電子濃度の相違を
示している。特に、銕色または黄白色の焼結体の場合
に、350~370 nm の波長領域に強い、シャープな
ピークが観測されたが、これは特定の不純物による電子
濃度が高いことを示している。

【0077】また、本発明者は、銕色または黄白色の焼
結体について、カソードルミネセンスによって、波長
360 nm の発光のマッピングを行った。この結果、3
60 nm の発光は、窒化アルミニウム粒子内で観測され
ることがわかった。粒界部は暗く、この発光は見られな
かった。これは、電子濃度が高い領域 (局在電子準位が
多い領域) が粒子内に分布しており、粒界部に分布して
いないことを示している。

【0078】また、本発明者は、銕色または黄白色の焼
結体について、X線マイクロアナライザー (EPMA)
によって酸素濃度の分布を測定した。この結果、粒子内
に比較的多量の酸素原子が存在していた。これに対し
て、比較対象のイットリアを 5 重量%添加した焼結体
の場合には、酸素濃度が相対的に低くなっていた。しか
も、比較対象の焼結体内において酸素が相対的に多く存
在している部分は、イットリアが存在している部分とほ
ぼ重複していることがわかった。イットリアは窒化アル
ミニウム粒子内に固溶せず、粒界部に排出されることが
知られている。従って、酸素原子のほとんどは、粒子内
には存在せず、粒界に存在している。

【0079】以上の実験結果からわかるように、銕色ま
たは黄白色の焼結体においては、窒化アルミニウム粒子
内に相対的に多量の酸素原子が固溶しており、これが局
在電子準位を提供し、粒子内抵抗の低下に寄与している
ものと考えられる。これは、ESR スペクトルにおける
吸収ピークの強度が高いこととも整合している。

【0080】これに対して、イットリアを 5 重量%添加
した比較対象の焼結体の場合には、焼結が進行する過程
で粒子内からイットリウムが排出され、この際にイット
リウムが酸素原子を粒界へと向かって持ち去る傾向があ
る。このために、粒子内の酸素原子が減少したものと考え
られる。

【0081】本発明の焼結体を製造するためには、好ま
しくは、窒化アルミニウム粉末の成形体を、カーボンか
らなる被膜の中に包含または封入し、焼成する。この焼
成方法自体は、ホットプレス法やホットアイソスタティ
ックプレス法を採用できる。

【0082】成形体を、カーボンからなる皮膜の中に包
含するためには、図 10 に示すような形態とすることが
できる。成形体 20 中には面状の金属バルク材 9 が埋設
されており、金属バルク材 9 によって、成形体が、第一
の部分 20 a と第二の部分 20 b とに分割されている。

前記したように、第一の部分 20 a の幅は、第二の部分

20bの幅よりも小さい。

【0083】上パンチ15Aと下パンチ15Bとの間に成形体20を設置する際に、成形体20の上側面と下側面とにグラファイト製のフォイル19Aと19Bとをそれぞれ設置する。成形体20および一对のフォイル19A、19Bを、各スパーサー18Aと18Bとの間に設置する。これと共に、成形体20の両側面を覆うようにグラファイト製のフォイル17を設置し、グラファイト製のフォイル19A、19Bおよび17によって成形体20を密封する。カーボン製のダイス14の中に、カーボン製のスリーブ16を介在した状態で、フォイル17および成形体20を設置する。加圧成形機を駆動し、上パンチ15Aと下パンチ15Bとによって、図10において上下方向に圧力を加え、かつ加熱する。

【0084】この場合においては、焼成時の圧力は50 kg/cm²以上とする。ただし、この圧力は、実際の装置の能力から見ると、0.5 ton/cm²以下とすることが好ましい。

【0085】上記においては、金属部材を埋設した高純度窒化アルミニウム成形体の一体焼結によって、金属部材から表面までの幅が比較的小さい第一の部分において、体積抵抗率が特に低下した窒化アルミニウム焼結体が得られたことを報告した。本発明者は、更に、アルミニウム以外の金属元素の含有量が100 ppm以下である窒化アルミニウム粉末からなる成形体を製造し、ただしこの成形体中に前記のような金属部材を収容することなく、焼結させて見た。この焼結の際の各条件としては、1850℃～2000℃の温度範囲、100～300 kg/cm²の圧力および2～5時間の焼成温度での保持時間という各条件を採用した。

【0086】この結果、窒化アルミニウム焼結体の体積抵抗率は最低でも $2 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ であって、本発明におけるような体積抵抗率の著しい低下は観察されないことが判った。

【0087】また、本発明者は、アルミニウム以外の金属元素の含有量が100 ppm以下である窒化アルミニウム原料を成型して成形体を製造し、この成形体を1700℃～2000℃の温度および100 kg/cm²以上の圧力で焼結させることによって、相対密度95.0%以上の窒化アルミニウム焼結体をいったん製造してみた。この成形体の色調は黒褐色であり、その体積抵抗率は、 $2 \times 10^{13} \sim 1 \times 10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$ の範囲内であった。次いで、この窒化アルミニウム焼結体を、1850℃以上の温度で、加圧することなく、不活性雰囲気下で熱処理して見た。この結果、窒化アルミニウム焼結体の色調は飴色に変化し、その体積抵抗率が、やはり $1.0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ 以下まで顕著な減少を示すことを見いだした。この製造方法によれば、前記したような体積抵抗率の顕著に減少した高純度の窒化アルミニウム焼結体であって、かつ金属部材を含有した一体焼結体

としてではなく、単体として製造することができるようになった。

【0088】この場合には、熱処理を不活性雰囲気中または還元性雰囲気中で、常圧で実施することが好ましい。こうした雰囲気としては、窒素雰囲気やアルゴン雰囲気が特に好ましい。

【0089】従って、本発明の窒化アルミニウム焼結体は、更に、半導体ウエハーを設置するためのサセプター、ダミーウエハー、シャドーリング、高周波プラズマを発生させるためのチューブ、高周波プラズマを発生させるためのドーム、高周波透過窓、赤外線透過窓、半導体ウエハーを支持するためのリフトピン、シャワー板等の各半導体製造用装置の基材として、使用することができる。

【0090】

【実施例】（実施例1）

図1および図2に示すような形態の静電チャックを製造した。還元窒化法によって得られた窒化アルミニウム粉末を使用した。この粉末において、Si、Fe、Ca、Mg、K、Na、Cr、Mn、Ni、Cu、Zn、W、B、Yの含有量は、それぞれ100 ppm以下であり、アルミニウム以外の金属は、これら以外は検出されなかった。

【0091】この原料粉末を一軸加圧成形することによって、円盤形状の予備成形体を製造した。電極としては、モリブデン製の金網を使用した。金網は、直径φ0.12mmのモリブデン線を、1インチ当たり50本の密度で編んだ金網を使用した。この金網を、予備成形体中に埋設し、図10に示すような成形体20を製造した。図10に示すように、成形体20を型内に設置し、前述したようにして成形体20をカーボンフォイル内に密封した。1950℃の温度、200 kg/cm²の圧力および2時間の保持時間で、ホットプレス法によって、この成形体を焼成した。

【0092】得られた焼結体の絶縁性誘電層側の表面を機械加工し、絶縁性誘電層4の厚さを1mmとした。焼結体の背面側からマシニングセンターによって孔2を形成し、また端子10を電極9に接合した。支持部分8および絶縁性誘電層4を構成する窒化アルミニウム焼結体の相対密度は、98.0%以上であった。この静電チャックの寸法は、直径は200mmであり、厚さは8mmであった。

【0093】この静電チャックの各部分から試料を切り出し、分析を行った。まず、絶縁性誘電層4の色調は黄白色であった。これに対して、支持部分8側の色調は、黒色ないし黒褐色であった。この各部分の結晶構造および結晶相の分析結果および元素分析の結果は、前述した通りであった。

【0094】また、絶縁性誘電層4を構成する焼結体の体積抵抗率は、 $8.9 \times 10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、非常

に抵抗値が低下していることが判明した。これに対して、支持部分 8 を構成する黒色ないし黒褐色の焼結体の体積抵抗率は、 $2.6 \times 10^{13} \sim 2.8 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、絶縁性誘電層 4 よりも著しく体積抵抗率が大きいことが判明した。

【0095】また、絶縁性誘電層 4 および支持部分 8 からそれぞれ切り出した試料について、それぞれ ESR スペクトルを測定した。支持部分 8 の ESR スペクトルにおけるスピン数 g 値は 2.0053 ± 0.0001 であり、そのピーク強度は大きく、ピークはシャープであつた。絶縁性誘電層 4 においては、 g 値は 1.9980 ± 0.0001 であり、ピーク強度は大きく、ピーク形状はブロードであつた。

【0096】この静電チャックの吸着力を、試料を切り出す前に測定した。図 1 に示す半導体ウエハー 6 の代わりに、面積 1 平方センチメートルの金属製小円板を吸着させ、これをワイヤーによって吸着面に対して垂直方向に引き上げ、脱着するのに必要な荷重をロードセルによって測定した。この結果、電圧を 500 V 印加した場合、 100 g/cm^2 以上の高い吸着力をしめした。

【0097】また、この絶縁性誘電層 4 を構成する窒化アルミニウム焼結体について、 300°C での体積抵抗率を測定したところ、 $5.0 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ であつた。

【0098】（実施例 1 A）実施例 1 と同様にして静電チャックを製造した。ただし、実施例 1 において、圧力を 100 kg/cm^2 とした。

【0099】こうして得られた静電チャックを構成する基材の各部分から、焼結体を切り出し、各焼結体の分析を行った。まず、基材の各部分の色彩は、図 7 に示すように分かれていた。黄白色の焼結体 27 F の相対密度は 99.8% であり、室温における体積抵抗率は $8.9 \times 10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、ESR スペクトルにおけるスピン数は $1.1 \times 10^{13} \text{ spin/mg}$ であり、ESR スペクトルにおける g 値は 1.9980 であつた。

【0100】一方、白色の焼結体 29 D の相対密度は 97.8% であり、室温における体積抵抗率は $2.3 \times 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、ESR スペクトルにおけるスピン数は $1.3 \times 10^{13} \text{ spin/mg}$ であり、ESR スペクトルにおける g 値は 1.9978 であつた。また、黒褐色の焼結体からなる部分 28 C が電極 26 に接触していることが確認された。

【0101】（比較例 1）実施例 1 において、ホットプレス時の温度を 1800°C とし、圧力を 150 kg/cm^2 とし、 1800°C での保持時間を 3 時間とした。この他は実施例 1 と同様にして静電チャックを製造した。この結果、基材の全体が黒色の焼結体によって構成されていることを確認した。基材の各部分から焼結体を切り出し、その特性を測定した。

【0102】絶縁性誘電層 4 から切り出した焼結体の相対密度は 99.0% 以上であり、体積抵抗率は $6.0 \times$

$10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $1.2 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 2.0049 であつた。支持部分 8 から切り出した焼結体の相対密度は 99.0% 以上であり、体積抵抗率は $3.0 \times 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $2.5 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 2.0062 であつた。この静電チャックに対して電圧を 500 V 印加した場合の吸着力は、 3 g/cm^2 であつた。

【0103】（比較例 2）実施例 1 において、ホットプレス時の温度を 1800°C とし、圧力を 200 kg/cm^2 とし、 1800°C での保持時間を 5 時間とした。この他は実施例 1 と同様にして静電チャックを製造した。この結果、基材の全体が黒色の焼結体によって構成されていることを確認した。

【0104】絶縁性誘電層 4 から切り出した焼結体の相対密度は 99.5% 以上であり、体積抵抗率は $4.0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $2.1 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 2.0047 であつた。支持部分 8 から切り出した焼結体の相対密度は 99.0% 以上であり、体積抵抗率は $4.2 \times 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $1.2 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 2.0061 であつた。この静電チャックに対して電圧を 500 V 印加した場合の吸着力は、 2 g/cm^2 であつた。

【0105】（実施例 2）実施例 1 において、ホットプレス時の温度を 1850°C とし、圧力を 200 kg/cm^2 とし、 1850°C での保持時間を 5 時間とした。この他は実施例 1 と同様にして静電チャックを製造した。この結果、図 5 (a) に示すような焼結体の分布を有する基材が生成した。

【0106】焼結体 27 A の色調は飴色であり、相対密度は 99.5% 以上であり、体積抵抗率は $8.0 \times 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $6.9 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 1.9990 であつた。焼結体 28 A の色調は黒褐色であり、相対密度は 99.0% 以上であり、体積抵抗率は $2.3 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $4.2 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 2.0051 であつた。この静電チャックに対して電圧を 500 V 印加した場合の吸着力は、 90 g/cm^2 であつた。

【0107】（実施例 3）実施例 1 において、ホットプレス時の温度を 1900°C とし、圧力を 200 kg/cm^2 とし、 1900°C での保持時間を 3 時間とした。この他は実施例 1 と同様にして静電チャックを製造した。この結果、図 5 (a) に示すような焼結体の分布を有する基材が生成した。

【0108】絶縁性誘電層 4 から切り出した焼結体 27 A の色調は飴色であり、相対密度は 99.5% 以上であり、体積抵抗率は $2.0 \times 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $7.5 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、

前記 g 値は 1. 9 9 8 5 であった。支持部分 8 から切り出した焼結体 2 8 A の色調は黒褐色であり、相対密度は 9 9. 0 % 以上であり、体積抵抗率は $8. 0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $3. 3 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 2. 0 0 4 2 であった。この静電チャックに対して電圧を 5 0 0 V 印加した場合の吸着力は、 120 g/cm^2 であった。

【0109】（実施例 4）実施例 1 において、ホットプレス時の温度を 1900°C とし、圧力を 100 kg/cm^2 とし、 1900°C での保持時間を 5 時間とした。この他は実施例 1 と同様にして静電チャックを製造した。この結果、図 5 (b) に示すような焼結体の分布を有する基材が生成した。

【0110】絶縁性誘電層 4 から切り出した焼結体 2 7 B の色調は鉛色であり、相対密度は 9 9. 0 % 以上であり、体積抵抗率は $3. 0 \times 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $1. 1 \times 10^{13} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 1. 9 9 8 0 であった。支持部分 8 から切り出した焼結体 2 8 B の色調は黒褐色であり、相対密度は 9 9. 0 % 以上であり、体積抵抗率は $9. 0 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $3. 5 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 2. 0 0 5 1 であった。この静電チャックに対して電圧を 5 0 0 V 印加した場合の吸着力は、 200 g/cm^2 であった。

【0111】（実施例 5）実施例 1 において、ホットプレス時の温度を 2000°C とし、圧力を 200 kg/cm^2 とし、 2000°C での保持時間を 1 時間とした。この他は実施例 1 と同様にして静電チャックを製造した。この結果、図 6 (a) に示すような焼結体の分布を有する基材が生成した。

【0112】絶縁性誘電層 4 から切り出した焼結体 2 7 C の色調は鉛色であり、相対密度は 9 9. 5 % 以上であり、体積抵抗率は $3. 0 \times 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $8. 2 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 1. 9 9 7 9 であった。支持部分 8 から切り出した焼結体 2 9 A の色調は白色であり、相対密度は 9 8. 3 % であり、体積抵抗率は $1. 9 \times 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $9. 5 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 1. 9 9 8 0 であった。この静電チャックに対して電圧を 5 0 0 V 印加した場合の吸着力は、 220 g/cm^2 であった。こうした白色の焼結体の生成は、ホットプレス温度が 2000°C と高くなったことによって気孔が生成したためと考えられる。

【0113】（実施例 6）実施例 1 において、ホットプレス時の温度を 2000°C とし、圧力を 100 kg/cm^2 とし、 2000°C での保持時間を 3 時間とした。この他は実施例 1 と同様にして静電チャックを製造した。この結果、図 6 (b) に示すような焼結体の分布を有する基材が生成した。

【0114】絶縁性誘電層 4 から切り出した焼結体 2 7

D の色調は鉛色であり、相対密度は 9 9. 5 % 以上であり、体積抵抗率は $1. 0 \times 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $1. 1 \times 10^{13} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 1. 9 9 7 5 であった。支持部分 8 から切り出した焼結体 2 9 B の色調は白色であり、相対密度は 9 7. 9 % であり、体積抵抗率は $8. 6 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $1. 1 \times 10^{13} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 1. 9 9 7 5 であった。この静電チャックに対して電圧を 5 0 0 V 印加した場合の吸着力は、 190 g/cm^2 であった。実施例 5 に比べて、ホットプレス時の圧力が小さくなったことから、白色の焼結体が占める領域が拡大したものと考えられる。

【0115】（実施例 7）実施例 1 において、ホットプレス時の温度を 2000°C とし、圧力を 150 kg/cm^2 とし、 2000°C での保持時間を 5 時間とした。この他は実施例 1 と同様にして静電チャックを製造した。この結果、図 6 (c) に示すような焼結体の分布を有する基材が生成した。

【0116】絶縁性誘電層 4 から切り出した焼結体 2 7 E の色調は鉛色であり、相対密度は 9 9. 5 % 以上であり、体積抵抗率は $9. 0 \times 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $2. 1 \times 10^{13} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 1. 9 9 6 1 であった。支持部分 8 から切り出した焼結体 2 9 C の色調は白色であり、相対密度は 9 7. 8 % であり、体積抵抗率は $2. 0 \times 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $1. 2 \times 10^{13} \text{ spin/mg}$ であり、前記 g 値は 1. 9 9 7 2 であった。この静電チャックに対して電圧を 5 0 0 V 印加した場合の吸着力は、 250 g/cm^2 であった。

【0117】（実施例 8）以下のようにして、実際に窒化アルミニウム焼結体を製造した。窒化アルミニウム原料としては、還元窒化法または直接窒化法によって製造した高純度粉末を使用した。各粉末において、Si、Fe、Ca、Mg、K、Na、Cr、Mn、Ni、Cu、Zn、W、B、Y の含有量は、それぞれ 100 ppm 以下であり、アルミニウム以外の金属は、これら以外は検出されなかった。

【0118】この原料粉末を一軸加圧成形することによって、円盤形状の成形体を製造した。図 10 に示すような成形装置を使用し、成形体を型内に設置した。ただし、この成形体中には金属部材を挿入していない。実施例 1 と同様にして、この成形体をカーボンフォイル内に密封し、 1800°C で 2 時間、 200 kg/cm^2 の圧力を加えながら、ホットプレス法によって焼成し、窒化アルミニウム試料を製造した。

【0119】この試料を熱処理した。ただし、熱処理温度を 1900°C とし、 1900°C での保持時間を 2 時間とし、窒素雰囲気下で行った。この結果、黄白色の窒化アルミニウム焼結体を得られた。この体積抵抗率は $5 \times 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ であった。また、ESR の g 値は 1.

9990であった。

【0120】（実施例9）図4に示す静電チャックを製造した。還元窒化法によって得られた窒化アルミニウム粉末を使用した。この粉末において、Si、Fe、Ca、Mg、K、Na、Cr、Mn、Ni、Cu、Zn、W、B、Yの含有量は、それぞれ100ppm以下であり、アルミニウム以外の金属は、これら以外は検出されなかった。電極としては、モリブデン製の金網を使用した。金網は、直径φ0.5mmのモリブデン線を、1インチ当たり15本の密度で編んだ金網を使用した。この金網と、モリブデン線からなる抵抗発熱体21とを、前記の粉末からなる成形体中に埋設した。図10に示すようにして、この成形体を、1900℃の温度、200kg/cm²の圧力および4時間の保持時間で、ホットプレス法によって焼成した。

【0121】得られた焼結体の絶縁性誘電層側の表面を機械加工し、絶縁性誘電層4の厚さを1mmとした。焼結体の背面側からマシニングセンターによって孔2を形成し、また端子10を電極9に接合した。支持部分8および絶縁性誘電層4を構成する窒化アルミニウム焼結体の相対密度は、99.0%以上であった。この静電チャックの寸法は、直径は200mmであり、厚さは12mmであった。この静電チャックの吸着力を、前記の実施例1と同様にして測定した。抵抗発熱体に電力を供給し、室温から300℃まで100℃間隔で吸着力を測定したところ、いずれの温度においても、60~100g/cm²の吸着力を示した。

【0122】この基材における焼結体の分布は、図5(b)に示すものであった。絶縁性誘電層から切り出した焼結体27Bの色調は飴色であり、相対密度は99.5%以上であり、室温における体積抵抗率は $5.0 \times 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、300℃における体積抵抗率は $2.0 \times 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピンは $7.5 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記g値は1.9965であった。支持部分8から切り出した焼結体28Bの色調は黒褐色であり、相対密度は99.0%以上であり、室温における体積抵抗率は $1.1 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピンは $2.1 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記g値は2.0044であった。

【0123】（実施例10）また、本発明者は、上記した実施例2~8において絶縁性誘電層をそれぞれ構成する各窒化アルミニウム焼結体について、300℃での体積抵抗率を測定した。この結果、 $10^8 \sim 10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ に低下していることを確認した。

【0124】（実施例11）実施例1において、ホットプレス時の温度を1800℃とし、圧力を200kg/cm²とし、1800℃での保持時間を2時間とした。この他は実施例1と同様にして静電チャックを製造した。更に、この静電チャックを熱処理した。ただし、熱処理温度を1900℃とし、1900℃での保持時間を

2時間とし、窒素雰囲気下で行った。

【0125】この結果、図6(c)に示すような焼結体の分布を有する基材が生成した。絶縁性誘電層4から切り出した焼結体27Eの色調は黄白色であり、相対密度は99.5%以上であり、体積抵抗率は $5.0 \times 10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピンは $8.5 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記g値は1.9990であった。支持部分8から切り出した焼結体29Cの色調は白色であり、相対密度は98.1%であり、体積抵抗率は $2.8 \times 10^{14} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピンは $9.5 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記g値は1.9981であった。この静電チャックに対して電圧を500V印加した場合の吸着力は、130g/cm²であった。

【0126】本発明においては、例えば図5~図7に示したように、金属部材（特に電極）を相対密度99.5%以上の窒化アルミニウム焼結体内に包含させることによって、熱サイクルの繰り返しに対しての耐久性が向上する。

【0127】また、金属包含材においては、第二の部分側の少なくとも一部分を、第一の部分の焼結体よりも相対密度が低い焼結体によって構成することができ、好ましくは、相対密度97.5~99.5%の焼結体によって構成することができる。これによって、第二の部分側の機械的加工が非常に容易になり、製造コストが減少する。特に、図6(a)、(b)、(c)に示すように、静電チャックの基材のうち支持部分側の少なくとも一部を、相対密度97.5~99.5%の白色または白灰色の焼結体によって構成した場合には、この支持部分側に、端子を挿入するための挿入孔を形成するための機械的加工が容易になる。

【0128】（実施例12）実施例1において、ホットプレス時の温度を2000℃とし、圧力を200kg/cm²とし、2000℃での保持時間を4時間とした。この他は実施例1と同様にして静電チャックを製造した。この結果、図6(a)に示すような焼結体の分布を有する基材が生成した。

【0129】絶縁性誘電層4から切り出した焼結体27Cの色調は飴色であり、相対密度は99.5%以上であり、体積抵抗率は $5.0 \times 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピンは $9.0 \times 10^{12} \text{ spin/mg}$ であり、前記g値は1.9970であった。

【0130】この焼結体の表面をダイヤモンドペーストによって鏡面研磨し、カソードルミネセンス法でスペクトルを観測し、その結果を図11に示した。図1において、縦軸は発光強度であり、横軸はルミネセンスの波長である。350~370nmの波長領域に強いピークがあり、650~750nmの波長領域に弱いピークがある。

【0131】図12は、この焼結体の断面のセラミック

ス組織を示す走査型電子顕微鏡写真である。

【0132】（比較例3）還元窒化法によって得られた窒化アルミニウム粉末を使用した。この粉末において、Si、Fe、Ca、Mg、K、Na、Cr、Mn、Ni、Cu、Zn、W、B、Yの含有量は、それぞれ100ppm以下であり、アルミニウム以外の金属は、これら以外は検出されなかった。この窒化アルミニウム粉末95重量%と、イットリア5重量%とを混合した。この混合粉末を一軸加圧成形することによって、円盤形状の予備成形体を製造した。この成形体を型内に設置し、1950℃で4時間焼成し、焼結体を得た。

【0133】この焼結体の色調は飴色であり、相対密度は99.5%以上であり、体積抵抗率は $8.7 \times 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ であり、前記スピン数は $3.8 \times 10^{11} \text{ spin/mg}$ であり、前記g値は2.0007であった。

【0134】この焼結体の表面をダイヤモンドペーストによって鏡面研磨し、カソードルミネッセンス法でスペクトルを観測し、その結果を図13に示した。この結果、約340nm、500nm、600nmにそれぞれ弱いピークが観測された。

【0135】図14は、この焼結体の断面のセラミックス組織を示す走査型電子顕微鏡写真である。

【0136】また、実施例12および比較例3の各焼結体について、X線マイクロアナライザー（EPMA）によって酸素濃度分布とイットリウム原子の分布とを測定した。この結果、比較対象のイットリアを5重量%添加した焼結体の場合には、酸素濃度が相対的に低くなっていた。しかも、焼結体内において酸素が相対的に多く存在している部分は、イットリアが存在している部分とほぼ重複していた。この重複部分は、図14の走査型電子顕微鏡写真に示す粒界部の位置とほぼ一致していた。

【0137】

【発明の効果】以上述べてきたように、本発明は、窒化アルミニウム質からなる基材の中に金属部材を埋設した金属包含材において、窒化アルミニウム中に低抵抗材料を添加することなく、金属包含材の体積抵抗率を制御した新たな窒化アルミニウム焼結体および静電チャックを提供するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明を適用できる静電チャックの一部分を概略的に示す断面図である。

【図2】（a）は、図1の静電チャックの破断面を示す斜視図であり、（b）は、金網からなる電極を示す斜視

図である。

【図3】（a）は、電極として好適なパンチングメタル14を示す斜視図である。（b）は、電極として使用できる円形の薄板15を示す斜視図である。（c）は、電極として使用できる薄板16を示す平面図である。

【図4】本発明を適用できるヒーター付きの静電チャックの一部分を概略的に示す断面図である。

【図5】（a）、（b）は、それぞれ、本発明に係る金属包含材の基材内における各焼結体の分布を示す模式図である。

【図6】（a）、（b）、（c）は、それぞれ、本発明に係る金属包含材の基材内における各焼結体の分布を示す模式図である。

【図7】本発明に係る金属包含材の基材内における各焼結体の分布を示す模式図である。

【図8】アルミニウムと他の原子との結合状態と、ESRスペクトルのg値との関係を説明するための概念図である。

【図9】カソードルミネッセンスの原理を説明するための模式図である。

【図10】本発明の金属包含材を製造するのに好適なホットプレス法を説明するための、模式的断面図である。

【図11】本発明例の窒化アルミニウム焼結体について、カソードルミネッセンスの測定結果を示すグラフである。

【図12】本発明例の窒化アルミニウム焼結体のセラミックス組織を示す走査型電子顕微鏡写真である。

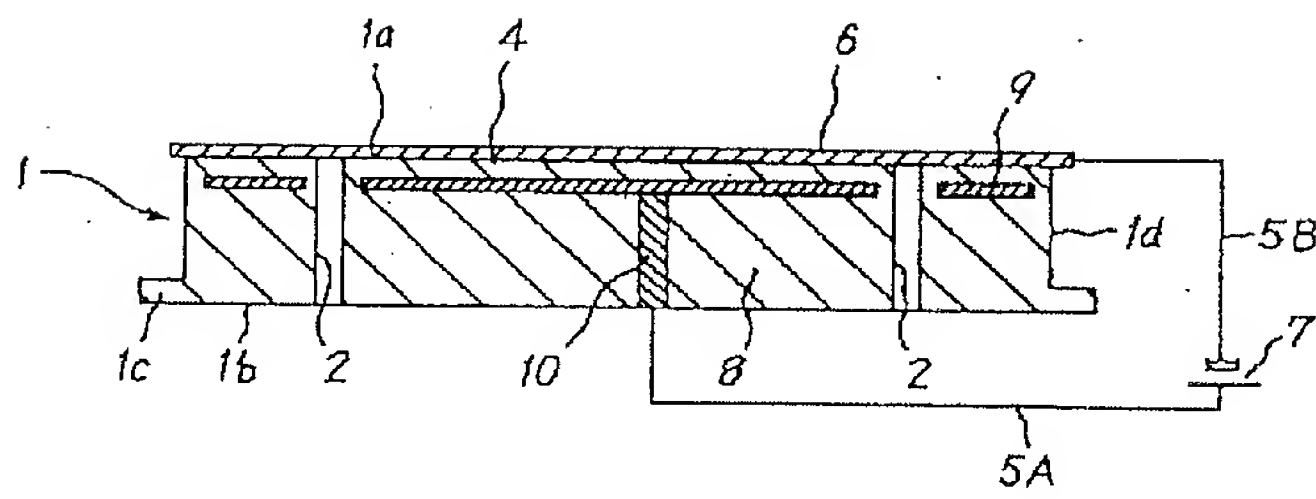
【図13】比較対象である、イットリアを5重量%添加した窒化アルミニウム焼結体について、カソードルミネッセンスの測定結果を示すグラフである。

【図14】比較対象である、イットリアを5重量%添加した窒化アルミニウム焼結体のセラミックス組織を示す走査型電子顕微鏡写真である。

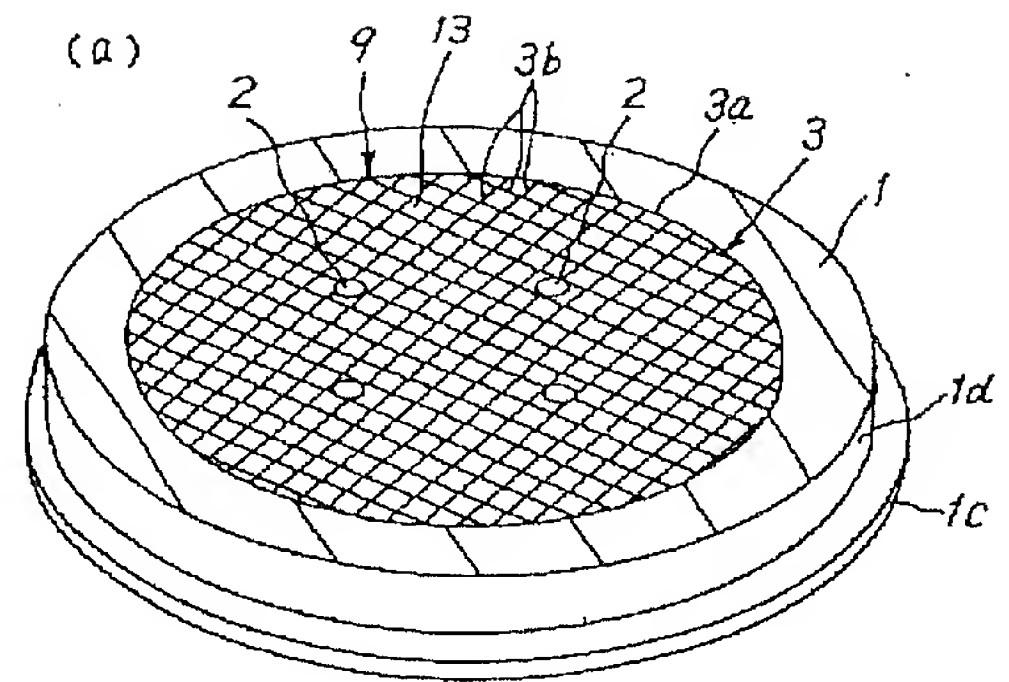
【符号の説明】

1 基材	4 絶縁性誘電層	6 半導体ウエハー
8 支持部分	15 A、15 B	パンチ
スリーブ	17、19 A、19 B	グラファイトフォイル
25 A、25 B、25 C、25 D、25 E、25 F	金属包含材	26 金属部材
27 A、27 B、27 C、27 D、27 E、27 F	飴色または黄白色の焼結体	28 A、28 B、28 C
黒褐色または黒色の焼結体	29 A、29 B、29 C、29 D	白色または白灰色の焼結体

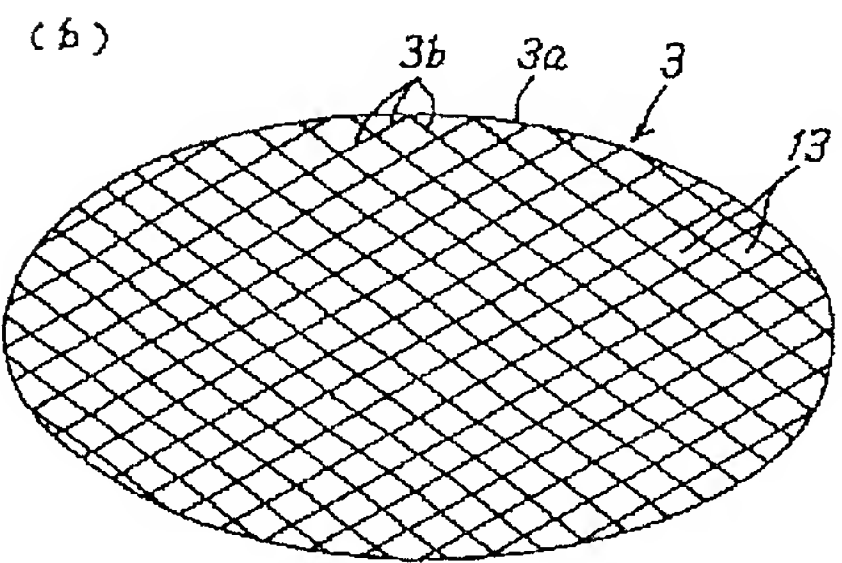
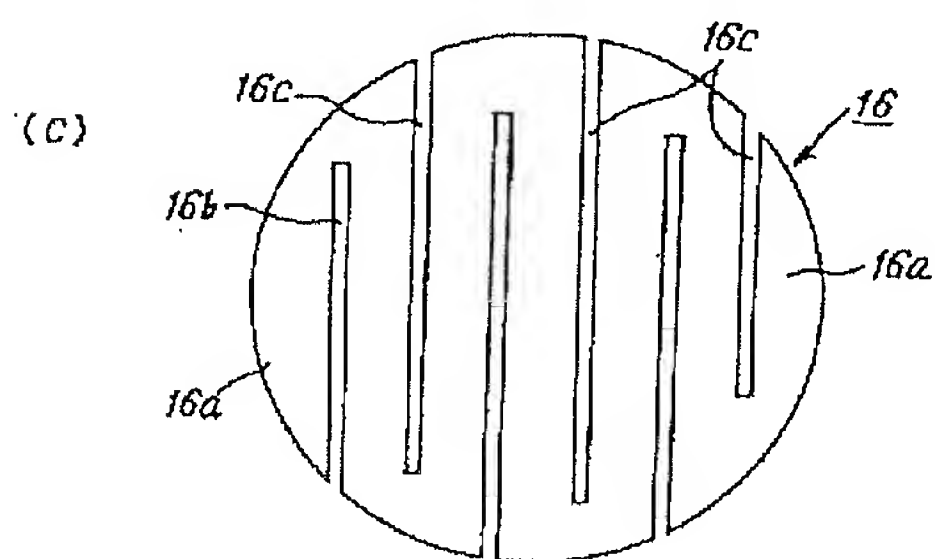
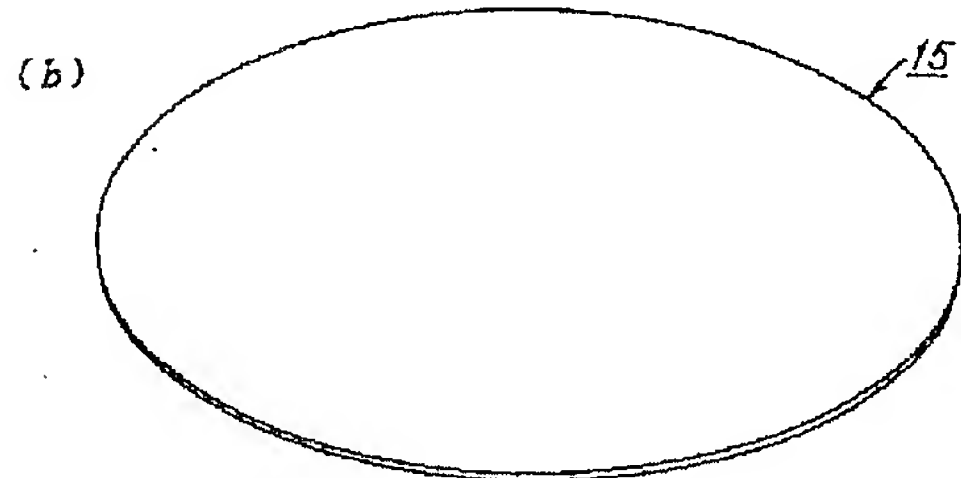
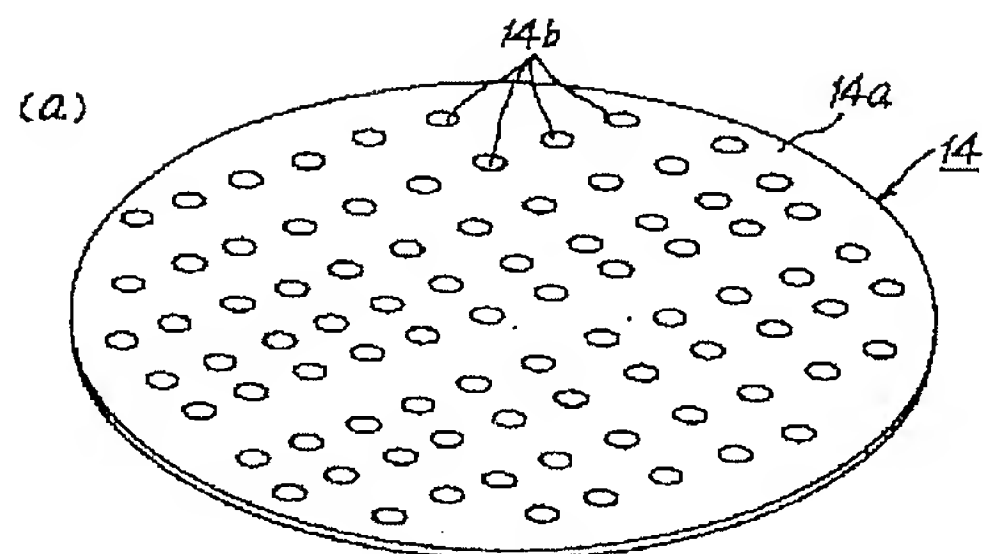
【図 1】



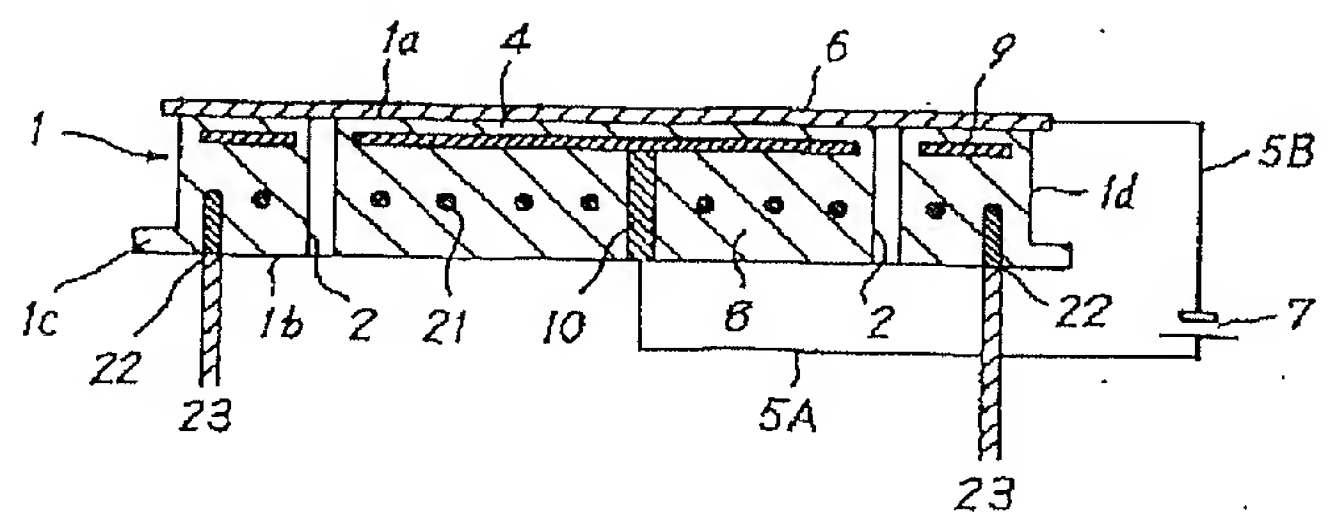
【図 2】



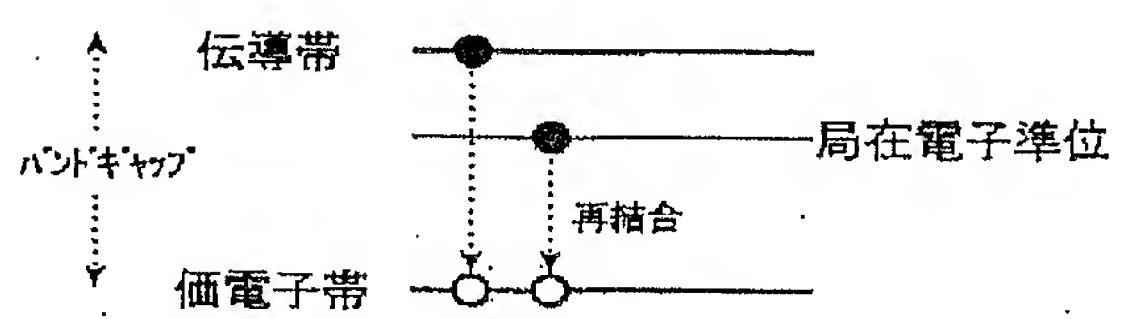
【図 3】



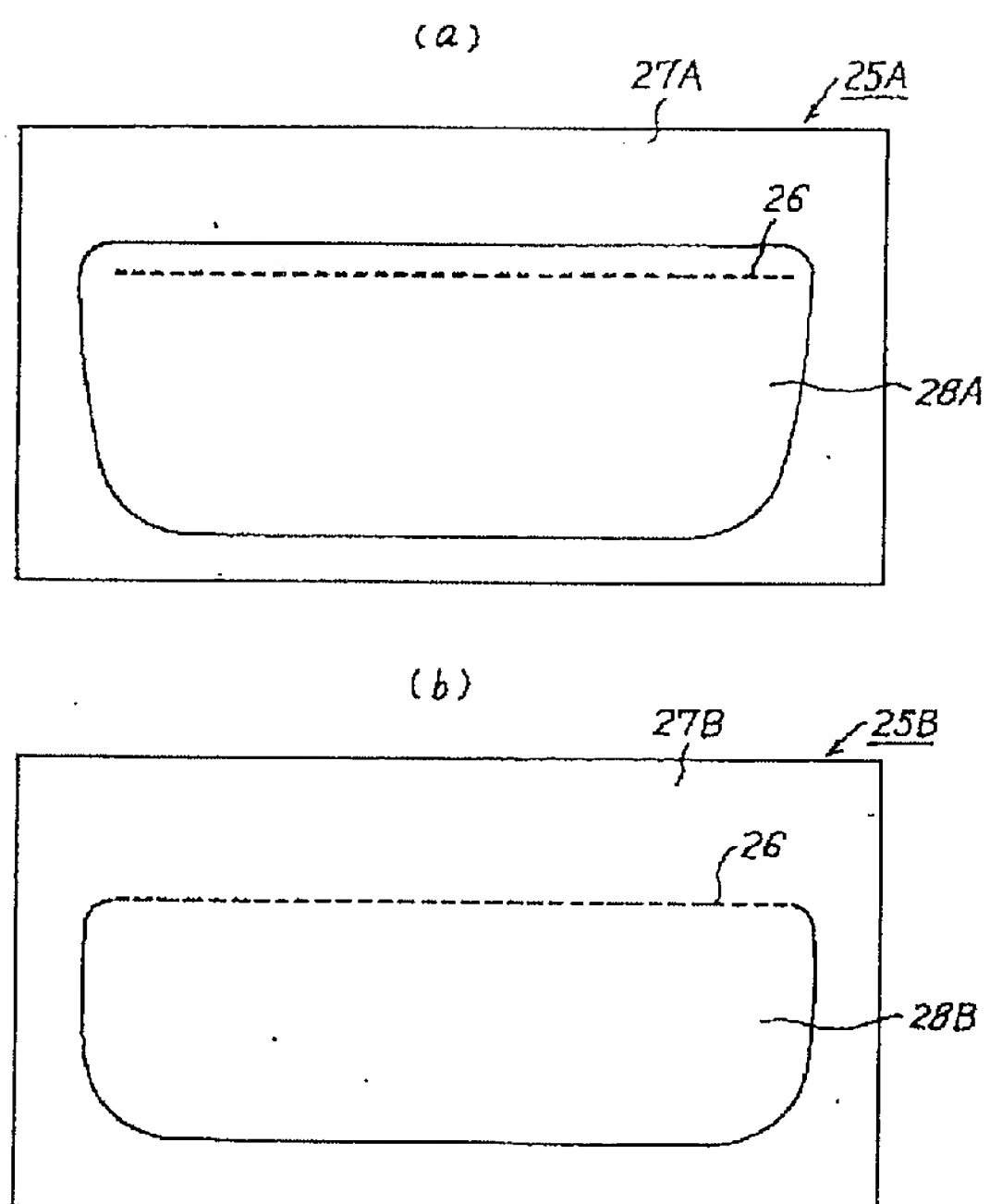
【図 4】



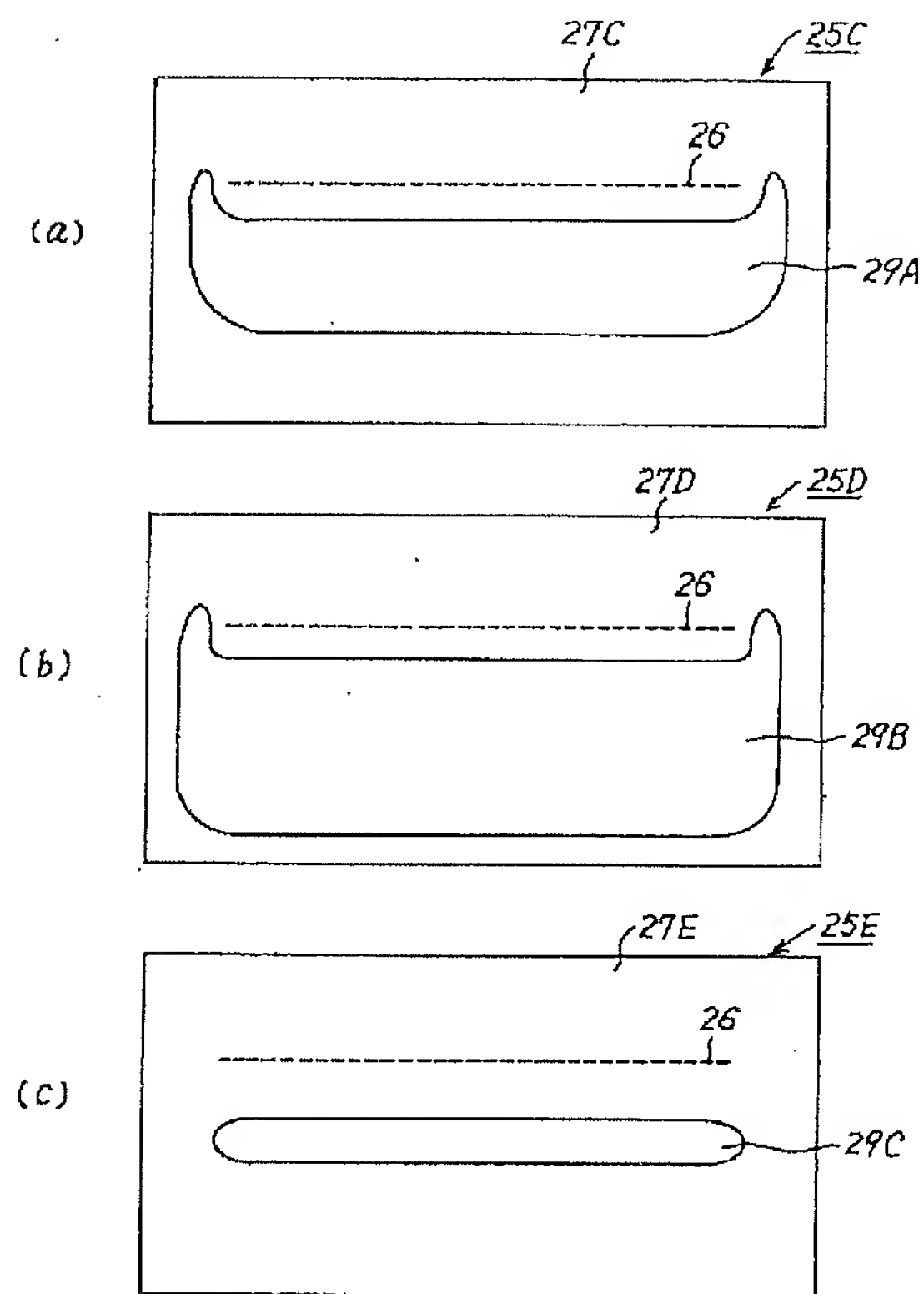
【図 9】



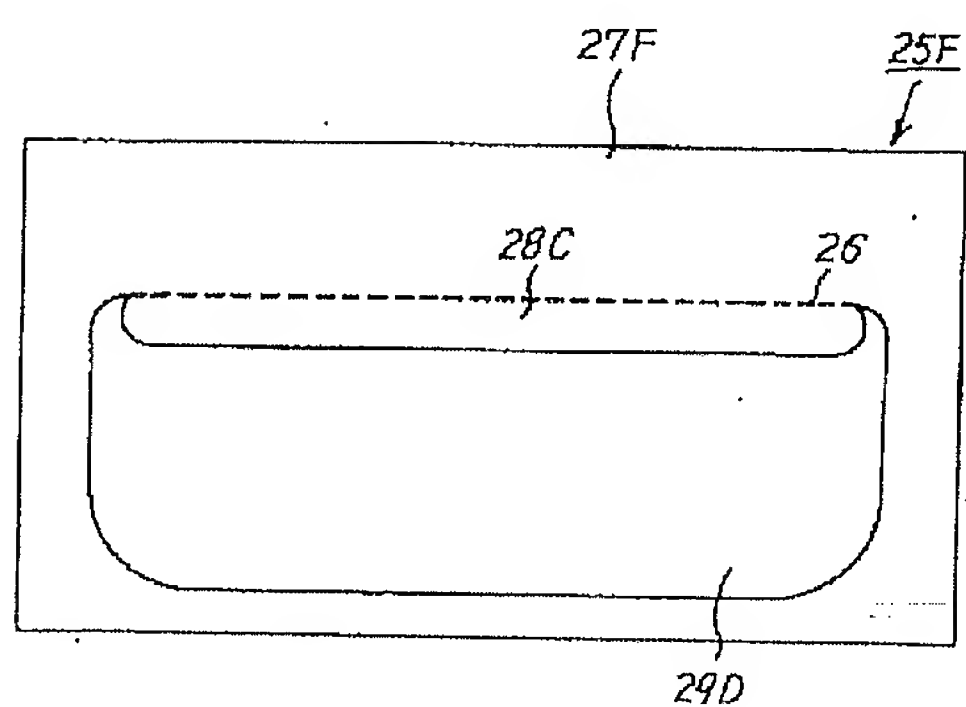
【図 5】



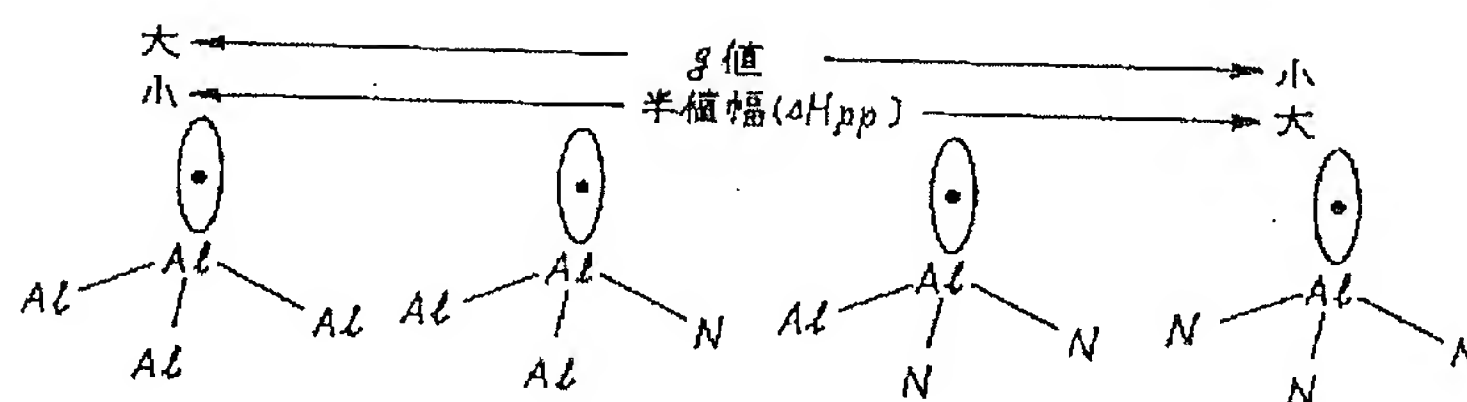
【図 6】



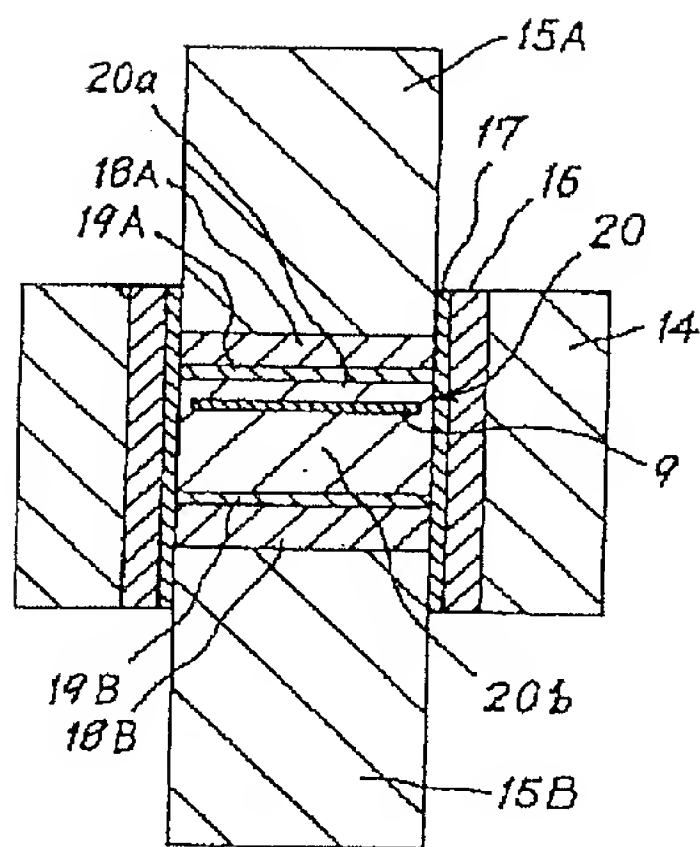
【図 7】



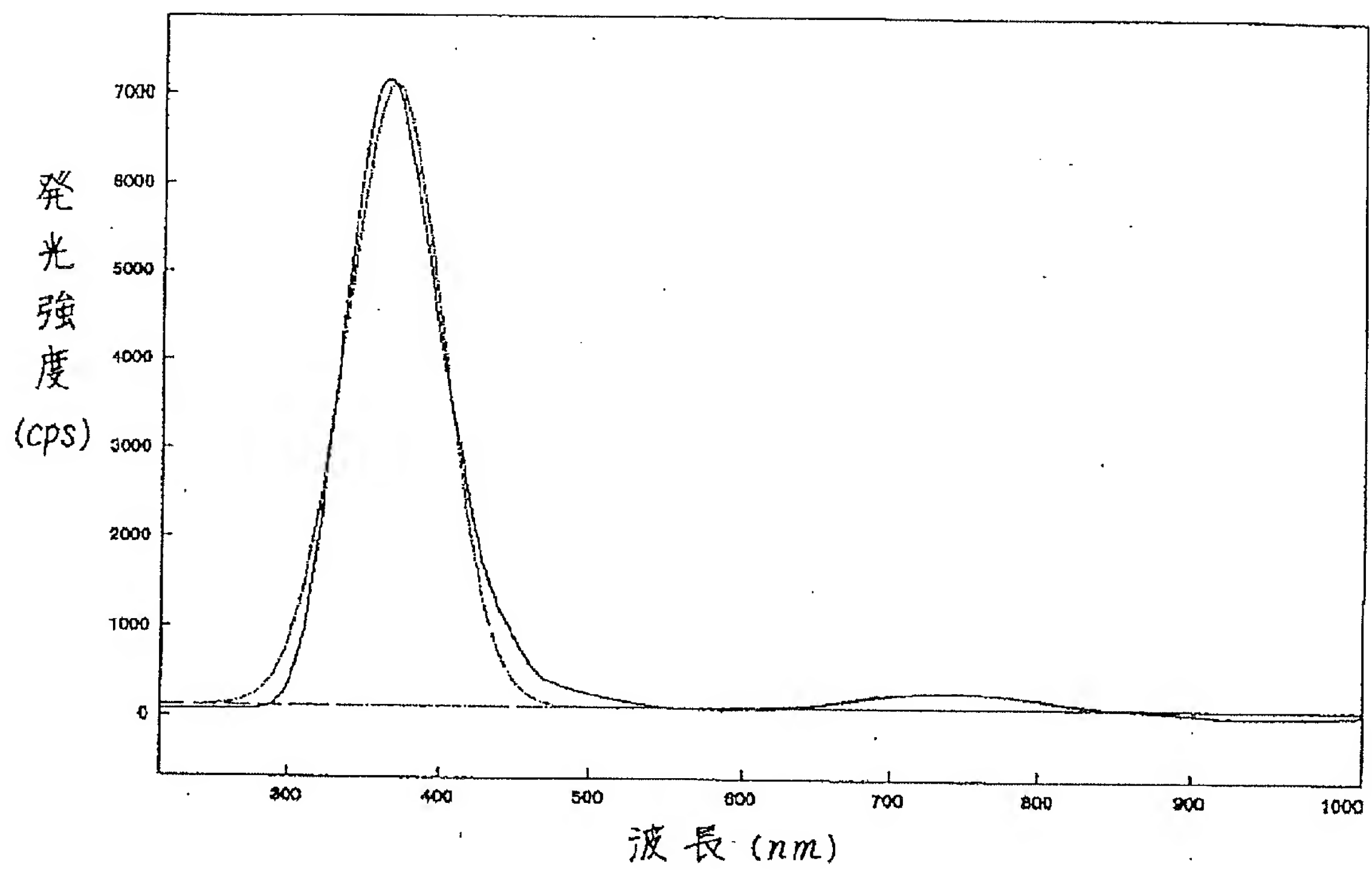
【図 8】



【図 10】

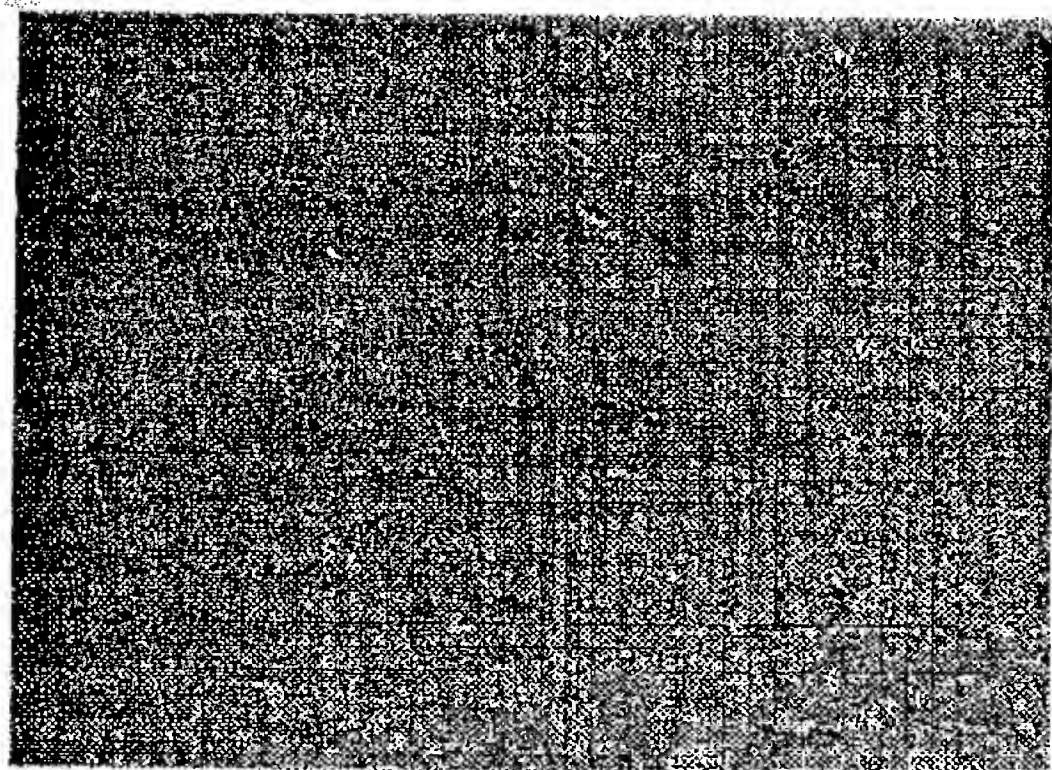


【図 11】



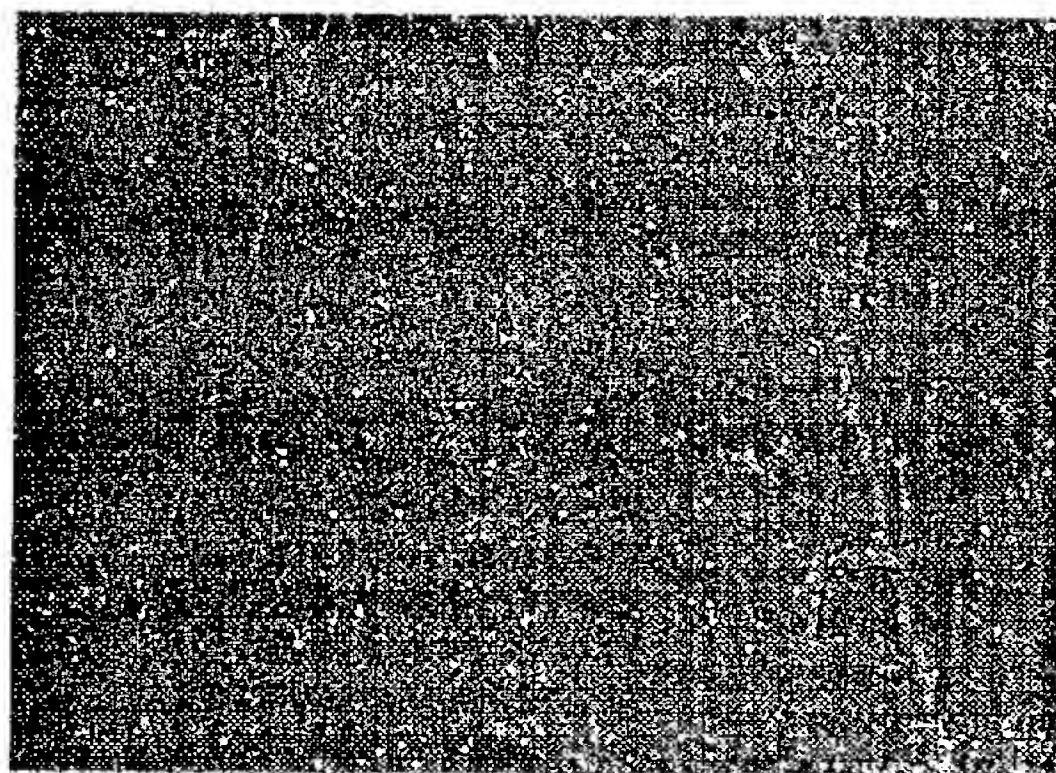
【図 1 2】

図面代用写真

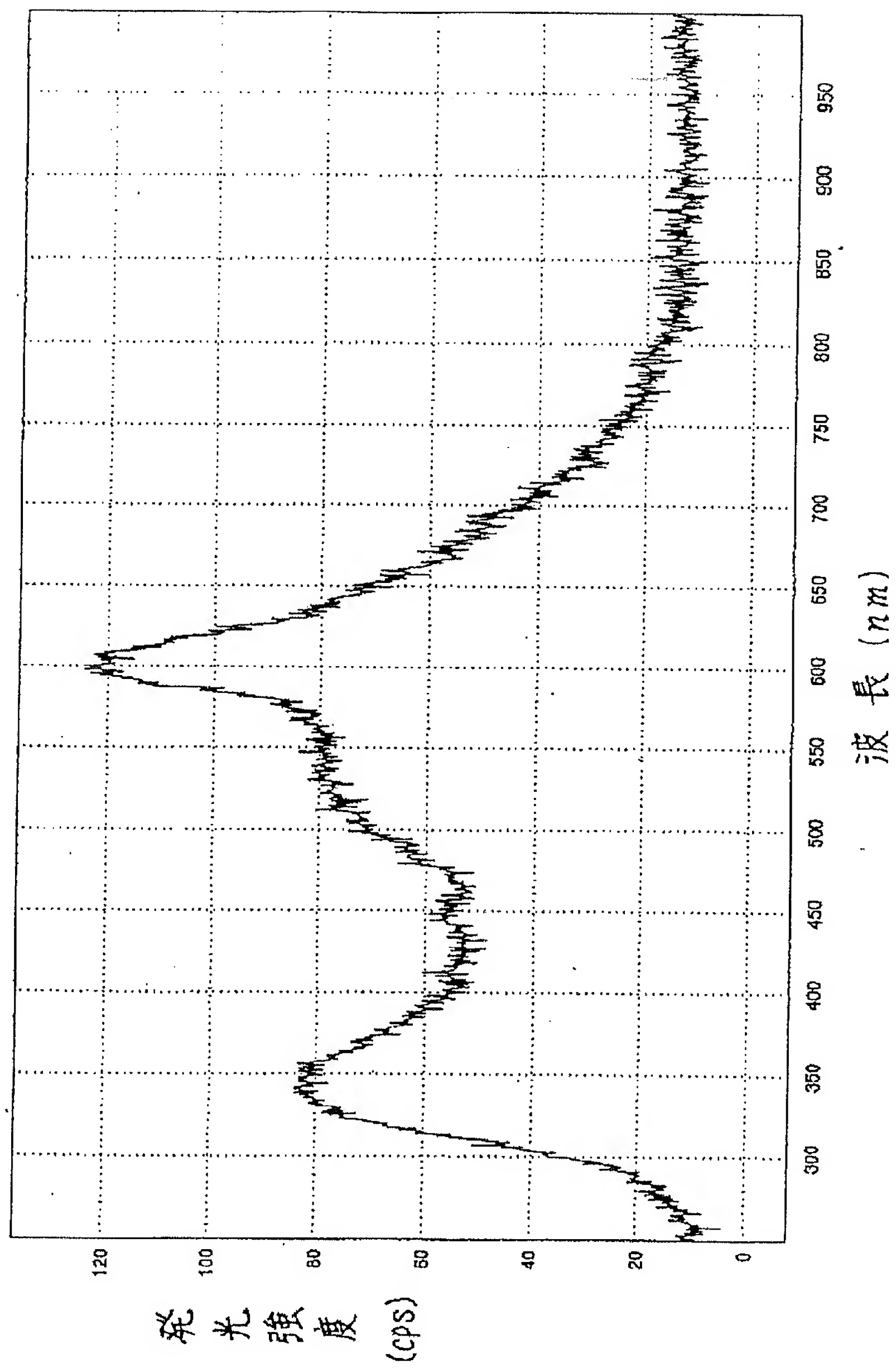


【図 1 4】

図面代用写真



【図 13】



フロントページの続き

(72)発明者 小林 廣道
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日
本碍子株式会社内

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-072260

(43)Date of publication of application : 17.03.1998

(51)Int.Cl.

C04B 35/626

B23Q 3/15

C04B 35/74

H01L 21/68

(21)Application number : 08-293129

(71)Applicant : NGK INSULATORS LTD

(22)Date of filing : 16.10.1996

(72)Inventor : YAMADA NAOHITO
MORI YUKIMASA
BESSHO HIROKI
KOBAYASHI HIROMICHI

(30)Priority

Priority number : 08176263 Priority date : 05.07.1996 Priority country : JP
07285011 01.11.1995 JP

(54) ALUMINIUM NITRIDE SINTERED COMPACT, MATERIAL CONTAINING METAL, ELECTROSTATIC CHUCK, PRODUCTION OF ALUMINUM NITRIDE SINTERED COMPACT, AND PRODUCTION OF MATERIAL CONTAINING METAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To control volume resistivity by embedding a metal member in a compacted body comprising an AlN source material having a specified or lower content of metal elements except for Al and then sintering to make one body.
SOLUTION: An AlN powder having ≤ 100 ppm metal content except for Al is used and compacted by uniaxial pressing to produce a cylindrical preformed body. A metal mesh of metal wires having high melting point such as Mo having 0.03 to 0.5mm diameter is embedded in the preformed body to prepare a compacted body. Then the body is sealed in a carbon foil and calcined at 1850 to 2200° C under ≥ 100 kg/cm² pressure to obtain a metal-containing material comprising an AlN sintered compact in which the metal material is embedded. The obtd. AlN sintered compact has 97.5 to 99.5% relative density and 1×10^9 to $1 \times 10^{13} \Omega \cdot \text{cm}$ volume resistivity at room temp. Then the surface of the insulating dielectric layer 4 of this sintered compact is shaped to obtain 1 to 10mm thickness. A hole 2 is formed from the back side of a supporting member 8. A terminal 9 is connected to the mesh electrode 9 to obtain an electrostatic chuck.

